

**PENYEDIAAN BAHAN UJI PROFISIENSI UNTUK ANALISIS
LOGAM KROMIUM (Cr) DALAM AIR MINERAL**

SKRIPSI



Diajukan Oleh:

TANTI HARYANI

No Mhs: 19612038

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2023

**PENYEDIAAN BAHAN UJI PROFISIENSI UNTUK ANALISIS LOGAM
KROMIUM (Cr) DALAM AIR MINERAL**

SKRIPSI

yang diajukan oleh:

TANTI HARYANI
No. Mhs: 19612038

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi Prodi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Tanggal: 31 Maret 2023

Dosen Penguji

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
2. Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc.
3. Nurcahyo Iman Prakoso, S.Si., M.Sc, Ph.D.

Tanda tangan



Mengetahui:

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Tanti Haryani
NIM : 19612038
Program Studi : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya dengan judul “Penyediaan Bahan Uji Profisiensi untuk Analisis Logam Kromium (Cr) dalam Air Mineral” bersifat asli dan tidak berisi material yang diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulisan tersebut secara eksplisit telah disebutkan dalam skripsi ini.

Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya sedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku. Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 10 Mei 2023

Yang menyatakan,



Tanti Haryani

NIM: 19612038

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat hidayah serta inayahnya yang telah memberikan kesehatan, keselamatan sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan lancar tanpa halangan suatu apa pun serta dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Sholawat serta salam tak lupa penulis ucapkan kepada Nabi besar Muhammad SAW yang telah membebaskan kita dari jaman kegelapan menuju zaman terang benderang. Semoga kita senantiasa menjadi umatnya dan mendapatkan syafaatnya di yaumul akhir kelak. *Aamiin Yaa Rabbal'Alamin.*

Skripsi ini disusun atas terselenggaranya penelitian dengan judul “Penyediaan Bahan Uji Profisiensi Untuk Analisis Logam Kromium (Cr) Dalam Air Mineral” yang berlangsung dimulai tanggal 7 September 2022 hingga 14 Maret 2023. Selama pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis banyak memperoleh bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati, penulis haturkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT atas Rahmat dan Karunia-Nya yang tiada hingga sehingga penulis diberi kemudahan untuk menyelesaikan skripsi ini.
2. Kedua Orang Tua yang senantiasa memberikan semangat baik maril maupun materil serta doa yang tiada hentinya.
3. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan dan Dosen Pembimbing skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Bapak Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D. selaku Ketua Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indoneisa.
5. Teman-teman Kimia FMIPA UII.

PENYEDIAAN BAHAN UJI PROFISIENSI UNTUK ANALISIS LOGAM KROMIUM (Cr) DALAM AIR MINERAL

INTISARI

Tanti Haryani

NIM 19612038

Beberapa tahun terakhir di Indonesia mengalami peningkatan dalam mengkonsumsi air mineral. Semakin bertambahnya jumlah penduduk juga mempengaruhi kualitas air yang semakin rendah. Sampai saat ini keberadaan air mineral banyak diminati oleh masyarakat karena dinilai lebih sehat dan lebih praktis untuk memenuhi kebutuhan air minum sehari-hari. Salah satu logam yang terdapat dalam air mineral dan dimanfaatkan dalam kehidupan manusia adalah kromium (Cr). Namun sebagai logam berat, Cr dalam konsentrasi tinggi dapat berbahaya bagi tubuh makhluk hidup. Setiap laboratorium harus menjamin mutu validitas hasil, yang didasari oleh ISO/IEC 17025 tahun 2017 yaitu persyaratan umum untuk kompetensi laboratorium uji. Pelaksanaan uji profisiensi harus dilakukan sesuai dengan ISO/IEC 17043 tahun 2010. Uji homogenitas yang dilakukan pada 10 sampel acak menunjukkan hasil yang homogen karena nilai $S_s < 0,3 \text{ SDPT}$ dan $S_s < 0,3 \text{ SDPA}$ yaitu $0,02683 < 0,0329$ dan $0,02683 < 0,03679$. Serta pada uji stabilitas sampel acak diperoleh hasil yang stabil karena nilai $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0288 < 0,0329$. Uji stabilitas yang dilakukan pada sampel faktor transportasi selama 3 jam dan 5 jam menunjukkan hasil yang stabil karena nilai $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0277 < 0,0329$, dan 5 jam yaitu $0,0163 < 0,0329$. Uji dixon menunjukkan hasil data tidak dibuang karena $D_n < D_{tabel}$. Sedangkan pada uji banding dengan metode *z-score* menunjukkan hasil yang memuaskan. Laboratorium peserta yang mengikuti uji profisiensi semua hasilnya *inlier*.

PREPARATION OF PROFICIENCY TEST MATERIALS FOR ANALYSIS OF CROMIUM METAL (Cr) IN MINERAL WATER

ABSTRACT

Tanti Haryani

NIM 19612038

Indonesia has experienced an increase in recent years in consuming mineral water. The increasing population also affect the lower water quality. Lots of people like the existence of mineral water until now, because it is considered healthier and more practical to fulfil their daily drinking water needs. One of the metals found in mineral water and used in human life is chromium (Cr). However, as a heavy metal, in high concentrations Cr can be harmful to mortal. Each laboratory must guarantee the quality of the validity of result, which is based on ISO/IEC 17025 of 2017, general requirements for the competence of the test laboratory. The proficiency test must be carried out in accordance with ISO/IEC 17043 of 2010. Homogeneity test performed on 10 random sampels showed homogeneous result because the values of $S_s < 0,3$ SDPT and $S_s < 0,3$ SDPA were $0,02683 < 0,0329$ and $0,02683 < 0,03679$. Stability test in random sample, stable result that is obtained because the value $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ were $0,0288 < 0,0329$. Stability test carried out on transport factor samples for 3 hours and 5 hours showed stable result because the value $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ were $0,0277 < 0,0329$, and 5 hours that is $0,0163 < 0,0329$. Dixon test shows that the results of the data are not discarded because $D_n < D_{table}$. Meanwhile, the comparative test with *z-score* method showed satisfactory result. Participating laboratories that took the proficiency test all had *inlier* results.

DAFTAR ISI

COVER	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iv
INTISARI.....	v
ABSTRACT.....	vi
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR	x
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
BAB III DASAR TEORI	8
3.1 Air Mineral	8
3.2 Logam Berat	11
3.3 SSA (Spektrofotometer Serapan Atom)	14
3.4 Uji Profisiensi.....	19
BAB IV METODE PENELITIAN	25
4.1 Alat dan Bahan	25
4.1.1 Alat.....	25
4.1.2 Bahan	25
4.2 Prosedur Penelitian.....	25
4.2.1 Preparasi sampel uji logam terlarut	25
4.2.2 Preparasi sampel uji logam total (dengan destruksi HNO ₃)	25
4.2.3 Pembuatan larutan deret standar dengan logam Cr	26
4.2.4 Pembuatan larutan kerja.....	26
4.2.5 Pembuatan kurva kalibrasi.....	26
4.2.6 Pengujian sampel uji.....	27
4.2.7 Perhitungan	27

4.2.8 Penyediaan Bahan Uji Profisiensi (BUP) untuk Uji Homogenitas.....	27
4.2.9 Penyediaan Bahan Uji Profisiensi untuk Uji Stabilitas	28
4.2.10 Penyediaan Bahan Uji Profisiensi untuk Uji Stabilitas Pengaruh Transportasi	28
4.2.11 Pengiriman Bahan Uji Profisiensi ke Laboratorium Penguji	28
4.2.12 Penentuan Nilai Acuan Standar Deviasi	28
4.2.13 Perhitungan Uji Dixon	29
4.2.14 Perhitungan <i>Z-score</i>	30
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
5.1 Uji Homogenitas.....	32
5.2 Uji Stabilitas	34
5.3 Uji Dixon.....	37
5.4 Uji Banding dengan <i>Z-Score</i>	38
BAB VI KESIMPULAN	41
6.1 Kesimpulan.....	41
6.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 1.....	29
Tabel 2.....	29
Tabel 3.....	33
Tabel 4.....	35
Tabel 5.....	36
Tabel 6.....	36
Tabel 7.....	38
Tabel 8.....	38
Tabel 9.....	39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	9
Gambar 2	13
Gambar 3	15
Gambar 4	16
Gambar 5	38

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan salah satu unsur yang penting dalam kehidupan. Manusia dalam kehidupan sehari-hari membutuhkan asupan makan dan minum sebagai sumber tenaga. Salah satu kebutuhan yang dikonsumsi yaitu air minum. Sebanyak 70% dari bagian tubuh manusia diketahui berbentuk cairan. Oleh karena itu, manusia membutuhkan pasokan air yang cukup untuk menjaga kesehatan dan kebugaran jasmani (Sari, 2014).

Beberapa tahun terakhir di Indonesia mengalami peningkatan dalam mengkonsumsi air mineral. Kondisi ini ditunjang oleh semakin buruknya air tanah di beberapa kota besar di Indonesia. Semakin bertambahnya jumlah penduduk juga mempengaruhi kualitas air yang semakin rendah. Sebagian masyarakat tidak memiliki jalan lain selain mengkonsumsi air mineral yang saat ini telah tersebar di pasaran. Jenis air yang ditawarkan pun beragam merek dan macamnya, yang hari ke hari bulan ke bulan semakin banyak jenisnya. Semakin maju dan meningkatnya taraf kehidupan, maka jumlah penyediaan air semakin meningkat. Akibatnya kegiatan dalam pengadaan sumber air baru setiap saat terus dilakukan seperti mencari sumber air baru dalam bentuk air tanah, air sungai, air danau, mengolah atau menawarkan air laut, mengolah atau menyehatkan kembali air kotor yang telah tercemar (Aryani, 2017).

Air memiliki berbagai kandungan bahan fisika dan kimia. Bahan fisika dan kimia yang terdapat dalam air dapat berdampak positif maupun negatif bagi manusia dan makhluk lainnya. Kondisi lingkungan sumber air ikut memengaruhi karakteristik air, sehingga bahan kimia dan fisika yang terkandung di dalamnya dapat beragam, begitupula kadarnya. Berdasarkan keragaman tersebut, maka ditentukan standar kualitas air yang baik untuk dikonsumsi. Air mineral yang telah diolah dan dikemas, harus memenuhi persyaratan air mineral menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) 3553 tahun 2015. Sampai saat ini keberadaan air mineral banyak diminati masyarakat karena dinilai lebih sehat dan lebih efisien

untuk memenuhi kebutuhan air minum sehari-hari. Penggunaan air mineral sangat bermanfaat dikalangan masyarakat karena air mineral merupakan solusi bagi masyarakat untuk mengkonsumsi air mineral dalam kemasan (Amelia, 2017).

Salah satu logam yang terdapat dalam air mineral dan dimanfaatkan dalam kehidupan manusia adalah kromium (Cr). Namun sebagai logam berat, Cr dalam konsentrasi tinggi dapat berbahaya bagi kesehatan manusia. Maka perlu dilakukan analisis terhadap kandungan logam Cr yang terdapat didalam air minum. Analisis yang dapat dilakukan untuk menentukan kualitas air minum yaitu analisis parameter kimia yaitu penentuan kadar Cr, Fe, Zn, Cd, dengan menggunakan instrument SSA (Spektrofotometer Serapan Atom). Analisis yang dapat dilakukan untuk mengetahui kandungan logam Cr yaitu analisis penentuan kadar menggunakan instrumen Spektrofotometer Serapan Atom.

SSA merupakan salah satu analisa spektroskopi yang menggunakan serapan suatu sinar oleh suatu atom, sinar yang tidak diserap, diteruskan dan diubah menjadi sinyal listrik yang terukur. SSA merupakan analisa logam yang terkenal, disamping metodenya yang sederhana, SSA juga sensitif dan selektif (Aryani, 2017). Analisis yang dilakukan dengan instrument SSA untuk mengetahui banyaknya kadar logam kromium dalam air mineral yang dikonsumsi sehari-hari. Apakah kadar tersebut sudah sesuai dengan syarat mutu air mineral atau tidak.

Proses pembuatan air mineral yang baik dan aman untuk dikonsumsi, dibutuhkan analisis pada kualitas mutu air mineral dalam satu laboratorium. Analisa yang dilakukan berguna untuk menentukan kualitas air mineral yang diproduksi dan beredar dipasaran serta telah sesuai dengan standar mutu yang diinginkan. Laboratorium yang berpartisipasi dalam uji profisiensi diharuskan mampu melakukan uji sesuai dengan standar yang telah ditetapkan. Banyaknya variasi yang menyebabkan bias pengujian antar laboratorium dan menyebabkan adanya selisih hasil antar laboratorium. Metode yang digunakan untuk mengetahui kompetensi teknis pengujian laboratorium perlu dilakukan suatu kegiatan yaitu uji profisiensi (Oktarina, 2021).

Salah satu metode yang digunakan untuk mengetahui kinerja laboratorium dengan cara uji banding antar laboratorium ialah uji profisiensi. Uji profisiensi

bertujuan untuk mengetahui kinerja suatu laboratorium yang ikut berpartisipasi dengan dilakukannya uji banding antar laboratorium atau untuk mengetahui unjuk kerja laboratorium secara individu baik untuk pengukuran maupun kegiatan pengujian dan untuk memantau unjuk kerja selanjutnya. Material serta metode uji yang digunakan pada uji profisiensi haruslah sama. Uji profisiensi dilakukan untuk melihat apakah hasil uji suatu laboratorium akurat dan memuaskan atau tidak. Uji profisiensi juga dapat berfungsi sebagai alat untuk menjamin mutu laboratorium dengan membandingkan kinerja laboratorium dengan laboratorium yang sejenis, sehingga jika terdapat ketidaksesuaian dapat dilakukan perbaikan (Syahfitri, dkk., 2018).

Laboratorium dalam melaksanakan uji profisiensi, harus memantau kinerjanya dengan membandingkan hasil laboratorium lain jika tersedia dan sesuai. Pemantauan harus direncanakan dan ditinjau serta harus mencakup, tetapi tidak terbatas pada, salah satu atau kedua hal yaitu: partisipasi dalam uji profisiensi dan partisipasi dalam perbandingan antar laboratorium selain uji profisiensi.

Setiap laboratorium harus menjamin mutu validitas hasil, hal ini didasari pada ISO/IEC 17025 tahun 2017 yang merupakan persyaratan umum kompetensi laboratorium uji atau kalibrasi tentang keabsahan hasil dan merupakan salah satu syarat utama untuk menjamin mutu validitas hasil dengan dilakukannya uji profisiensi atau uji banding antar laboratorium. Pelaksanaan uji profisiensi harus dilakukan sesuai dengan ISO/IEC 17043 tahun 2010. Menurut ISO/IEC 17043: 2010 mewajibkan laboratorium yang menyelenggarakan uji profisiensi atau uji banding harus menyediakan bahan uji profisiensi. Hal ini membuktikan bahwa belum ada data yang membahas mengenai pembuatan bahan uji profisiensi untuk analisis logam Cr dalam air mineral. Penelitian ini diselenggarakan guna mengetahui hasil dari bahan uji profisiensi serta untuk mengetahui kemampuan laboratorium dalam menguji kadar logam berat dalam air mineral (Asiah, 2017).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Berapa kadar Cr dalam air mineral yang beredar di pasaran?
2. Bagaimana homogenitas dan stabilitas bahan uji profisiensi yang dibuat untuk analisis logam Cr dalam air mineral?
3. Bagaimana stabilitas bahan uji profisiensi karena faktor transportasi untuk analisis logam Cr dalam air mineral?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui kadar Cr dalam air mineral yang beredar di pasaran.
2. Untuk mengetahui homogenitas dan stabilitas bahan uji profisiensi yang dibuat untuk analisis logam Cr dalam air mineral.
3. Untuk mengetahui stabilitas bahan uji profisiensi karena faktor transportasi untuk analisis logam Cr dalam air mineral.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat sebagai berikut:

1. Berkontribusi dalam meningkatkan pengetahuan akan pentingnya bahaya logam berat yang terdapat air mineral yang dikonsumsi sehari-hari.
2. Memberikan hasil perbandingan dari uji profisiensi yang dilakukan dengan menentukan kualitas laboratorium yang baik dalam pengujian kadar logam.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Oktarina (2021) berhasil melakukan uji profisiensi dengan metode homogenisasi dan statistik Robust *Z-score* dengan membandingkan simpangan atau deviasi yang diperoleh laboratorium terhadap simpangan populasi. Berdasarkan hasil yang diperoleh dihasilkan kinerja memuaskan dan dapat diterima untuk semua pengujian agregat kasar, sedangkan pada pengujian Beton dan BJ SSD agregat halus hasil kinerja diperingatkan.

Penelitian yang dilakukan oleh Simanjuntak, dkk. (2020) dilakukan uji profisiensi atau uji banding antar laboratorium dilakukan berdasarkan penerapan SNI 17025. Data hasil analisis yang dikirimkan oleh masing-masing laboratorium kemudian dilakukan seleksi data dengan metode Grubbs dan dihitung data dengan metode perhitungan Robust *Z-score*. Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan oleh Laboratorium Baristand Industri Medan (LB-BIM) dapat dikatakan bahwa hasil telah menunjukkan kinerja memuaskan dalam uji banding baja tulangan beton baik untuk parameter kuat ulur, kuat tarik maupun regangan.

Uji profisiensi memiliki beragam metode sesuai dengan karakteristik objek yang diuji, teknik pengujian yang digunakan, dan jumlah laboratorium yang ikut berpartisipasi. Terdapat beberapa skema yang digunakan dalam penyelenggaraan uji profisiensi pada air mineral, salah satunya adalah skema simultan yang diatur dalam ISO/IEC 7043. Skema yang paling cocok untuk diimplementasikan di laboratorium lingkungan adalah skema simultan. Skema simultan dipilih karena paling sesuai penerapan di laboratorium lingkungan. Proses pelaksanaan pada skema simultan yaitu peserta uji profisiensi dalam rentang waktu yang telah ditentukan melakukan pengujian pada sub-sampel yang diambil secara acak dari sampel yang didistribusikan secara serentak ke seluruh peserta (Asiah, 2017).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sanistia, dkk. (2022) Uji biuret dilakukan dengan tujuan untuk menentukan dan menghitung tingkat homogenitas melalui kadar biuret yang dihasilkan, serta sampel harus dalam keadaan homogen ketika dikirimkan ke peserta uji profisiensi. Uji homogenitas dilakukan untuk memastikan bahwa sampel sudah dalam keadaan homogen sehingga jika terdapat

perbedaan hasil, itu disebabkan oleh peserta uji profisiensi dan bukan penyedia sampel. Uji homogenitas memberikan keyakinan bahwa data yang dihasilkan dari serangkaian analisis berasal dari produk yang sama, dan tidak memiliki perbedaan hasil dari sampel yang sama, sehingga menjamin kualitas hasil uji laboratorium.

Hasil perhitungan data uji homogenitas kadar biuret jika dibandingkan diperoleh nilai S_s sebesar 0,00476 yang berarti sampel urea prill ini dinyatakan homogen karena $S_s < \sigma$ yaitu $0,00476 < 0,004871$ sehingga sampel urea prill layak digunakan sebagai sampel uji profisiensi karena bersifat homogen (Sanistia, dkk., 2022).

Uji profisiensi air yang dilakukan oleh Harjito (2022) untuk menjamin hasil uji laboratorium, sebanyak 19 laboratorium mengikuti uji profisiensi baik yang terakreditasi maupun yang belum terakreditasi. Sebanyak 4 parameter yang meliputi: derajat keasaman (pH), klorida, kesadahan dan kekeruhan.

Hasil analisis menunjukkan bahwa untuk parameter pH terdapat 16 peserta (84,21%) kategori memuaskan, 2 peserta diperingatkan (10,53%) dan 1 peserta tidak memuaskan (5,25%). Parameter kekeruhan semua peserta termasuk kedalam kategori memuaskan (100%). Parameter khlorida terdapat 14 peserta (77,78%) dengan kategori memuaskan, 2 peserta diperingatkan (11,11%) dan 2 peserta tidak memuaskan (11,11%). Parameter kesadahan terdapat 15 peserta (83,33%) dengan kategori memuaskan, dan 1 peserta dengan kategori tidak memuaskan. Hasil yang diperoleh dapat dikatakan bahwa performa peserta uji profisiensi memiliki hasil kerja yang memuaskan dikarenakan telah mencapai lebih dari 50% (Harjito, 2022).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Susanto, dkk. (2020) yaitu melakukan evaluasi dengan penggunaan nilai formulasi pada uji profisiensi air permukaan yang dilakukan sesuai dengan panduan ISO / IEC 17043 dan ISO 13528 menggunakan 5 parameter diantaranya adalah: 4 parameter (Fe, Cu, Cr(VI) pH) menggunakan formulasi dan 1 parameter (NO_3N) menggunakan nilai konsesus sebagai nilai acuan.

Peserta yang mendapatkan nilai kerja yang memuaskan untuk parameter Fe, Cu, Cr(VI) dan pH secara berturut-turut sebesar 81%, 79%, 71% dan 67% dari

jumlah peserta; yang diperingatkan sebesar 7%, 6%, 8% dan 16%; yang berkinerja tidak memuaskan sebesar 12%, 15%, 21% dan 17%. Hasil skema uji profisiensi dapat dikatakan naik untuk mengevaluasi kinerja laboratorium. Sedangkan pada hasil parameter uji NO₃-N nilai formulasi tidak tersedia dan nilai konsensus tidak dapat ditentukan akibat bervariasinya data-data peserta yang dihasilkan (Susanto, dkk., 2020).

Asiah (2017) telah melakukan penelitian uji profisiensi pada logam berat dalam air bersih dengan menggunakan skema simultan yang sesuai dengan ISO/IEC 17043. Peserta yang mengikuti uji profisiensi dengan metode skema simultan dites secara bersamaan dalam periode waktu yang telah ditetapkan. Pengujian dilakukan terhadap sampel acak dari bahan yang didistribusikan secara bersamaan kepada seluruh peserta. Hasil yang diperoleh dari uji profisiensi yang dilakukan yaitu memuaskan lebih dari 50% untuk parameter Zn, Fe dan Cd. Serta menunjukkan bahwa laboratorium lingkungan Indonesia mampu melakukan analisis logam berat dalam air khususnya parameter Zn, Fe dan Cd.

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Air Mineral

Air merupakan senyawa yang paling penting dalam kehidupan, keberadaan air yang ada saat ini berkisar 71% hampir menutupi permukaan bumi, begitupula tubuh manusia yang tersusun atas 70% air. Keberadaan air merupakan syarat mutlak adanya suatu kehidupan disamping makanan (Pelealu, dkk., 2015).

Air berfungsi sebagai sumber asupan mineral, pembentukan sel, mengatur suhu tubuh, dan melancarkan pencernaan. Secara umum, setiap individu mengonsumsi sekitar 2 (dua) liter air setiap harinya. Berdasarkan penelitian, kekurangan air sebesar 1-2 persen dapat menyebabkan masalah dalam fungsi otak seperti kurangnya fokus dan kemampuan berpikir. Jika kekurangan air melebihi 2 persen, maka dapat menyebabkan gejala-gejala seperti sakit kepala, kelelahan, kelemahan, gangguan otot, bahkan kematian (Aryani, 2017).

Kandungan didalam air berupa bahan fisika dan kimia yang dapat berdampak positif maupun negatif bagi tubuh manusia dan makhluk hidup lainnya. Karakteristik air berpengaruh pada kondisi lingkungannya, sehingga unsur kimia yang terdapat didalamnya dapat beragam, begitu pula dengan kadarnya. Berdasarkan keberagaman kadar yang terdapat dalam kandungan air, maka ditetapkan suatu standar yang dapat mengatur kualitas air yang baik dan layak untuk dikonsumsi (Krisno, dkk., 2021).

Syarat-syarat air yang dapat dikonsumsi menurut departemen kesehatan antara lain: tidak berasa, tidak berwarna, tidak berbau, dan tidak mengandung mikroorganisme yang berbahaya. Air mineral merupakan air yang melalui proses ataupun tanpa proses pengolahan yang memenuhi syarat kesehatan dan dapat langsung diminum. Air mineral yang dapat langsung dikonsumsi harus memenuhi syarat kesehatan yaitu: mikrobiologi, fisika, kimia dan radioaktif (Aryani, 2017).

Salah satu jenis air yang dapat langsung diminum tanpa dimasak terlebih dahulu adalah air mineral. Air mineral telah melalui proses penyaringan yang baik dengan menggunakan sinar ultraviolet, ozonisasi ataupun keduanya. Sinar ultraviolet berfungsi untuk membunuh bakteri pada proses pemurnian tanpa

meninggalkan radiasi dalam air, sedangkan pada proses ozonisasi digunakan oksidator kuat agar dapat bereaksi dengan cepat pada semua zat organik dalam air (Amelia, 2021). Contoh air mineral ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Air Mineral

Para ahli menyarankan air yang layak untuk dikonsumsi manusia adalah air mineral. Air mineral disarankan untuk dikonsumsi karena kandungan mineral didalamnya dapat memenuhi kebutuhan mineral manusia. Mineral yang umumnya terkandung dalam air pada umumnya adalah kalsium, natrium, magnesium, dan selenium. Air mineral berbeda dengan air biasa yang umumnya dikonsumsi. Sumber air mineral terdapat di daerah yang kaya akan mineral dan mineral yang terkandung di dalamnya berupa zat padat (Salim & Taslim, 2021).

Berdasarkan kandungan mineral terlarut dalam air, air mineral dapat dibedakan menjadi dua macam, yaitu air lunak (*soft water*) dan air bersih (*fresh water*). Air lunak adalah air yang memiliki kandungan TDS dibawah 100 mg/L. Air lunak memiliki tekstur yang ringan dan mudah dicerna saat diminum. Sementara itu, air bersih memiliki kandungan TDS antara 100 hingga 500 mg/L dengan tekstur yang berat dan kasar saat diminum. Mengonsumsi air bersih dalam satu tegukan dapat membuat perut terasa lapar, sehingga disarankan untuk diminum sedikit-sedikit. Setelah berolahraga sangat baik untuk mengonsumsi air bersih karena dapat membantu memulihkan mineral yang hilang selama berolahraga (Salim & Taslim, 2021).

Terdapat standar yang telah diatur oleh negara untuk air mineral yang akan dikonsumsi. Standar air mineral di Indonesia diatur pada Peraturan Menteri Perindustrian Republik Indonesia no 26 tahun 2019. Beberapa jenis air yang

dikenal di samping air mineral yaitu air demineral, air mineral alami, dan air minum embun. Air mineral merupakan air minum yang dikemas dengan kandungan mineral dalam jumlah tertentu tanpa penambahan mineral, oksigen, atau karbon dioksida dari luar. Air demineral adalah air minum yang dihasilkan melalui proses destilasi, deionisasi, *reverse osmosis*, dan/atau proses serupa lainnya, tanpa penambahan oksigen atau karbon dioksida dari luar. Air mineral alami merupakan air minum yang diperoleh dengan cara alami yaitu langsung dari mata air alami atau di bor dari sumber sumur dalam dengan proses terkendali agar tidak tercemar dari pengaruh luar. Air minum embun adalah air minum yang berasal dari proses pengembunan uap air dari udara lembab menjadi tetesan air embun yang diolah lebih lanjut dan menjadi air embun yang dikemas (Salim & Taslim, 2021).

Meningkatnya kebutuhan air mineral menyebabkan munculnya berbagai macam usaha air mineral baik air mineral dalam kemasan maupun air mineral isi ulang. Harga air mineral dalam kemasan masih relatif mahal sehingga masyarakat mulai mencari alternatif lain. Salah satunya dengan memilih air mineral isi ulang karena lebih mudah didapatkan, praktis, tidak perlu dimasak terlebih dahulu dan harganya terjangkau. Pembelian air mineral isi ulang juga cukup mudah, konsumen datang dengan membawa galon bekas dari merk apa saja untuk isi ulang ke depot air mineral, atau dapat juga menggunakan layanan antar jemput (Pulungan & Wahyuni, 2021).

Demi memenuhi kebutuhan masyarakat, industri yang menyediakan air mineral dalam galon atau kemasan ulang mengolah air minum dalam bentuk cairan dan tidak dikemas. Dilihat dari segi harga, air minum kemasan ulang lebih terjangkau sehingga air mineral kemasan ulang menjadi jawaban pemenuhan kebutuhan air minum. Namun dari segi kualitasnya, air mineral isi ulang menjadi resiko yang dapat membahayakan kesehatan jika kualitas air mineral isi ulang masih diragukan apalagi jika konsumen tidak memperhatikan keamanan dan ke higienisannya (Mairizki, 2017).

3.2 Logam Berat

Komponen yang terdapat dalam air mineral salah satunya yaitu unsur logam. Oleh karena itu, perlu dilakukan analisis kandungan unsur logam dalam air mineral untuk memastikan kualitas air mineral yang akan dikonsumsi. Air mineral diperoleh melalui berbagai macam proses pengolahan yang mungkin mengandung unsur logam yang dapat terlarut dalam air dan meningkatkan konsentrasi unsur logam dalam air mineral sehingga dapat berdampak buruk bagi kesehatan manusia (Amelia, 2021).

Logam berat merupakan salah satu unsur kimia yang sulit didegradasi atau dihancurkan. Logam berat dalam konsentrasi kecil dapat masuk ke dalam tubuh manusia melalui makanan, minuman, dan udara. Logam berat dalam tubuh makhluk hidup termasuk *trace mineral* atau mineral yang jumlahnya sangat sedikit. Beberapa logam berat dalam jumlah sedikit penting untuk mengatur metabolisme dalam tubuh manusia, tetapi dalam konsentrasi yang tinggi logam berat sangat berbahaya dan beracun. Toksisitas logam berat dalam tubuh manusia menyebabkan kerusakan jaringan, khususnya organ detoksifikasi, dan ekskresi (hati dan ginjal). Beberapa logam berat dapat menyebabkan bersifat karsinogenik, teratogenik serta dapat menyerang saraf yang menyebabkan terjadinya kelainan tingkah laku (Kristianto, dkk., 2017).

Logam berat merupakan unsur kimia yang memiliki densitas lebih dari 5 g/cm³ dengan nomor atom 22 hingga 92 dan mampu membuat ikatan kompleks saat masuk ke dalam tubuh organisme. Logam berat memiliki sifat yang sulit di degradasi, mudah terlarut dalam air, sedimen, dan dapat terakumulasi dalam tubuh (Robi, dkk., 2021). Logam berat yang sering dijumpai dalam air dan dapat mencemari lingkungan adalah merkuri (Hg), timbal (Pb), tembaga (Cu), kadmium (Cd), arsenik (As), kromium (Cr), nikel (Ni), dan besi (Fe). Kandungan logam berat secara alami yang terdapat dalam perairan relatif sedikit. Adanya aktifitas masyarakat seperti kegiatan industri, domestik, pertanian dan lain-lain dapat memberikan dampak negatif dan berpotensi meningkatkan kadar logam berat dalam perairan serta dapat membahayakan kesehatan manusia dan organisme lainnya yang mengonsumsinya. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengawasan dan

pengendalian terhadap aktivitas manusia yang berpotensi mencemari perairan dengan logam berat (Putra & Mairizki, 2020).

Kadar logam berat dapat meningkat jika terjadi peningkatan limbah yang masuk kedalam perairan. Limbah yang masuk ke dalam perairan biasanya berasal dari kegiatan manusia seperti pembuangan sampah pada perairan, penambangan logam di laut, pertambangan, limbah perkotaan, pertanian dan perindustrian. Peningkatan kadar logam berat dalam air dapat mengakibatkan logam berat yang semula dibutuhkan dalam metabolisme akan berubah menjadi racun bagi tubuh dan makhluk hidup lainnya. Logam berat dalam konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan kematian (Supriatno & Lelifajri, 2009).

Logam berat yang biasanya terdapat dalam air yaitu arsen (As), timbal (Pb), kromium (Cr), tembaga (Cu), merkuri (Hg) dan sebagainya. Salah satu logam berat yang terdapat pada air yaitu kromium (Cr) yang dalam jumlah sedikit dapat bermanfaat bagi tubuh untuk membantu kerja insulin. Kromium diketahui dapat memengaruhi homeostatis dari glukosa pada intoleransi glukosa dan kasus resistensi insulin. Akan tetapi, kelebihan mengonsumsi zat kromium (Cr) dapat mengakibatkan keracunan akut dan keracunan kronis (Nurohmi, dkk., 2016).

Salah satu logam berat yang paling penting dalam kehidupan yaitu kromium. Kromium tidak ditemukan secara alami di dalam air. Akan tetapi kromat dan dikromat dapat ditemukan di beberapa industri seperti pelapisan logam, pewarna, percetakan, pelapisan oli dan tinta. Ion kromium dapat ditemukan dalam bentuk hexavalent, trivalent, dan kuartener dalam media cair, yang mana jenis hexavalent dan trivalent lebih stabil. Kromium hexavalent sangat beracun, oxyanion dikenal sebagai zat karsinogenik, mutagenik dengan efek yang berbahaya bagi kesehatan manusia (Ehsanpour, dkk., 2022).

Kromium adalah salah satu unsur logam yang terdapat pada air. kromium memiliki nomor atom (NA) 24 dengan berat atom (BA) 51,996. Atom tersebut terletak pada periodik 4, golongan VI B. Logam kromium berwarna putih, kristal keras dan sangat tahan korosi, melebur pada suhu 1093°C sehingga sering digunakan sebagai lapisan, pelindung atau logam paduan. Kromium tidak dapat ditemukan dalam bentuk murni, tetapi persenyawaannya terdapat di alam dalam

bentuk unsur lain. Kromium paling banyak ditemukan dalam bentuk “Chromite” (FeOCr_2O_3). Logam kromium larut dalam asam klorida encer atau pekat, jika tidak terkena udara akan membentuk ion-ion kromium (Ayu, 2018). Kromium dalam bentuk padatan yang ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Kromium (Cr)

Kromium merupakan elemen yang biasanya terdapat di tanah dan dalam bentuk teroksidasi dari Cr(II) menjadi Cr(VI) tetapi Cr(III) dan Cr(VI). Kromium (VI) merupakan kromium paling beracun dan mutagenik, karsinogenik serta teratogenik. Kromium tidak dapat didegradasi dalam tubuh sehingga terakumulasi di dalam tubuh organisme. Kromium dapat berbahaya bagi organisme maupun tubuh manusia (Pratiwi, 2020).

Kromium sering digunakan dalam berbagai kegiatan industri seperti *electroplating*, pengolahan kulit, dan pelapisan cat yang umumnya dikenal dari senyawa kromat dan dikromat. Selain itu, kromium juga memiliki peran penting dalam kehidupan sehari-hari, terutama dalam tubuh manusia dan hewan. Dalam jumlah kecil, kromium berfungsi sebagai mikronutrien yang sangat dibutuhkan, tetapi dalam jumlah yang berlebihan, kromium dapat menjadi karsinogen. Batas aman kromium yang dapat dikonsumsi sekitar 50-200 μg per hari (Ayu, 2018).

Keberadaan kromium mudah ditemukan di lingkungan. Logam kromium dapat ditemukan di perairan, tanah, ataupun udara. Masuknya logam kromium ke dalam lingkungan dapat disebabkan karena adanya kegiatan perindustrian, dan rumah tangga. Masuknya kromium ke lingkungan dalam jumlah besar dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Kromium dapat disebut sebagai logam

berat karena dalam jangka panjang dapat menyebabkan terjadinya suatu gangguan kesehatan seperti, alergi hingga tumbuhnya kanker yang dapat membahayakan manusia. Kromium heksavalen (Cr^{6+}) ialah logam kromium yang memiliki sifat paling beracun dibandingkan dengan ion kromium lainnya seperti: Cr^{2+} dan Cr^{3+} . Logam kromium dan senyawanya bisa mengganggu fungsi organ yang bertugas dalam proses metabolisme ketika masuk ke dalam tubuh manusia. Jika Cr^{3+} masuk ke dalam tubuh dengan pH 7, ia dapat mengendapkan RNA dan DNA, sedangkan pada Cr^{6+} bisa menghambat kerja enzim binzopiren hidroksilase yang dapat menyebabkan lambatnya pertumbuhan sel sehingga sel dalam tubuh tumbuh dengan tidak terkendali dan dapat menyebabkan kanker (Ayu, 2018).

Senyawa kromium (VI), seperti kalsium kromat, kromat seng, strontium kromat dan kromat sangat beracun di alam. Sedangkan kromium (III) merupakan suplemen gizi yang penting bagi hewan dan manusia, serta memiliki peranan penting dalam metabolisme glukosa. Kegunaan kromium dalam kehidupan sehari-hari sebagai pelapis logam pelindung, paduan logam, pita magnetik, pigmen cat, karet semen, kertas, pengawet kayu, penyamakan kulit dan logam plating. Kromium (III) dan kromium (VI) merupakan logam berat yang memiliki potensi beracun (karsinogenik) dan dapat menyebabkan kanker pada saluran ginjal dan hati. Kromium valensi tiga memiliki tingkat beracun lebih rendah dibandingkan dengan kromium valensi enam (Chaidir, dkk., 2015).

3.3 SSA (Spektrofotometer Serapan Atom)

Instrumen kimia analisis yang disebut Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) didasarkan pada prinsip energi yang diserap oleh atom. Radiasi yang diserap oleh atom akan menyebabkan electron tereksitasi ke keadaan energi yang lebih tinggi. teknik ini pertama kali diperkenalkan oleh para ahli kimia Australia pada tahun 1955, dipimpin oleh Alan Walsh, dan juga oleh Alkemade dan Millatz di Belanda. SSA sangat berguna dalam menganalisis sampel analit. Atom akan menyerap energi pada panjang gelombang tertentu, sehingga electron pada atom akan tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi dalam waktu singkat (Sugito & Kuncoro, 2022).

SSA merupakan instrumen yang dapat digunakan untuk menganalisis konsentrasi analit dalam sampel. Elektron pada atom akan tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi dengan cepat serta menyerap energi (radiasi pada panjang gelombang tertentu). Spektrofotometer serapan atom terdiri dari beberapa komponen antara lain: Sumber radiasi (*hallow cathode lamp*), Unit atomisasi (*atomizer*), Monokromator, Detektor dan *Read out* (Sugito & Kuncoro, 2022). Instrument SSA ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Instrumen Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometer Serapan Atom merupakan suatu alat analisis yang digunakan untuk menentukan jumlah suatu logam dalam suatu senyawa yaitu melalui pengatomisasian dengan menggunakan nyala. Metode analisis ini berdasarkan pada prinsip absorpsi cahaya oleh atom, yang mengakibatkan atom pada keadaan dasarnya dinaikkan ke tingkat eksitasi yang lebih tinggi. Pada panjang gelombang tertentu atom-atom menyerap cahaya tergantung pada sifat unsurnya, akan diperoleh lebih banyak energi dengan adanya absorpsi (penyerapan) energi, kemudian atom dalam keadaan dasar dinaikkan ke tingkat eksitasi yang lebih tinggi. Energi cahaya akan diserap oleh logam, cahaya yang diserap (diabsorpsi) sangat spesifik untuk setiap unsurnya. Sesuai dengan energi emisi yang terdapat dalam unsur tersebut. (Farkhatus dkk., 2019).

Setiap instrument SSA memiliki komponen sebagai berikut (Farkhatus dkk., 2019):

1. Sumber sinar

Sumber sinar atau sumber cahaya bertindak sebagai sumber cahaya dengan memberikan sinar pada atom-atom netral hingga terjadi penyerapan,

yang diikuti oleh proses eksitasi atom. Sumber cahaya yang digunakan adalah lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*) yang menghasilkan energi cahaya khas untuk setiap atom. HCL dapat terdiri dari satu unsur atau gabungan beberapa unsur (seperti Mg, Al, Ca, Fe, Mn, Zn, Cu Sn, Cr, dan Pb) *Hollow cathode lamp* yang ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hollow Cathode Lamp (HCL).

2. Sistem pengatoman

Tujuan adanya sistem pengatoman adalah untuk menghasilkan atom-atom netral pada sumber sinar. Senyawa yang dianalisis akan diubah dari ion menjadi atom-atom bebas. Atomisasi dapat dicapai melalui proses pembakaran atau tanpa pembakaran. Terdapat tiga metode untuk membentuk atom dari larutan antara lain:

a. *Burner* (memakai nyala)

Sebelum dimasukkan ke dalam pembakar atau *burner*, larutan harus diuapkan terlebih dahulu. Larutan dikabutkan terlebih dahulu sebelum dimasukkan ke dalam pembakar atau *burner*. Kemudian, udara bertekanan (kompresor) ditiupkan ke dalam ruang pengkabut (*nebulizer*) untuk menghisap larutan sampel dan membentuk aerosol. Setelah terbentuk, kabut halus dan aerosol dicampur dengan bahan bakar dan dialirkan ke dalam pembakar. Bulir-bulir yang tidak sesuai ukuran (terlalu besar) akan dibuang melalui pembuangan (*waste*).

b. Tungku gravit (tanpa nyala api)

Tahapannya dimulai dengan dipanaskan terlebih dahulu tungku gravit dengan *electrical thermal* (listrik). Pemanasan dapat dilakukan secara bertahap karena temperatur dari tungku dapat diatur:

- Desolvasi (tahap pengeringan)
- Disosiasi, volatilisasi (tahap pengabuan)
- Tahap pendinginan
- Tahap atomisasi

c. Penguapan (tanpa panas)

Raksa (Hg) dapat ditetapkan dengan metode ini, karena pada suhu biasa atau suhu ruang raksa mudah menguap sehingga atom beradapada keadaan bebas.

3. Sistem Optik

Kegunaan dari sistem optik yang terdapat pada SSA untuk memberikan fokus pada sinar dari sumber cahaya, kemudian diarahkan pada sampel dan diteruskan ke monokromator sampai ke detektor.

4. Monokromator

Monokromator berguna untuk memisahkan sinar yang dibutuhkan (salah satu garis resonansi) dari beberapa spektrum dengan λ tertentu yang diperoleh dari lampu katoda cekung, serta meniadakan λ yang lain. Alat-alat yang digunakan antar lain: cermin, lensa, filter, kisi difraksi atau prisma. Resolusi yang dihasilkan pada monokromator harus menunjukkan hasil yang baik. Umumnya memiliki resolusi 0,2 nm.

5. Detektor

Detektor berperan dalam mengukur kekuatan radiasi foton dari garis resonansi yang dilepaskan oleh monokromator dan diubah menjadi arus listrik, tabung pengganda foton (*photo multiplier tube*) yang digunakan pada detektor. Sensitivitas deteksi harus memperhatikan cahaya yang dihasilkan. Listrik yang dihasilkan oleh detektor dialirkan ke amplifier, lalu ke sistem pembacaan, skala yang dibaca detektor pada satuan %T atau absorbansi.

6. Amplifier

Amplifier berguna untuk menguatkan sinyal listrik yang diperoleh dari detektor, yang dapat memberikan sinyal listrik berhubungan dengan daya radiasi yang diserap oleh permukaan yang peka.

Prinsip dasar dari SSA adalah absorpsi (penyerapan) radiasi oleh atom-atom yang tidak terikat. Absorpsi yang besar tergantung pada jumlah atom bebas yang terbentuk dan temperatur, dimana atom-atom tersebut dapat menyerap radiasi. Atom-atom bebas dapat mengukur absorbansi setelah ditentukan panjang gelombang yang tepat. Absorpsi radiasi oleh atom-atom bebas dapat terjadi ketika energi radiasi sesuai dengan perbedaan energi antara atom-atom bebas pada keadaan dasar dengan energi atom-atom bebas pada keadaan tereksitasi. Seperti molekul, penyerapan oleh atom-atom bebas memiliki hubungan linear antara absorbansi dan konsentrasi sampel, yang dikenal sebagai Hukum Lambert-Beer;

$$A = -\log T = abc$$

Dimana:

A = absorbansi

a = absorbtivitas

b = panjang sampel

c = konsentrasi

Terdapat 3 jenis metode yang digunakan dalam melakukan analisis spektrofotometri, antara lain:

a. Metode kurva kalibrasi

Metode ini diawali dengan membuat deret larutan standar terlebih dahulu dengan berbagai konsentrasi, kemudian diukur absorbansinya menggunakan instrument SSA. Selanjutnya dibuat grafik antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope= ab, konsentrasi sampel diukur kemudian diinterpolasikan ke dalam kurva kalibrasi atau ke dalam persamaan regresi linear pada kurva kalibrasi.

b. Metode standard tunggal

Metode ini merupakan metode yang paling praktis dikarenakan hanya memerlukan satu larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya (C_{std}). Kemudian diukur absorbansi (A_{std}) dan absorpsi larutan sampel (A_{smp}) dengan spektrofotometri. Konsentrasi larutan dapat dihitung dengan mengukur larutan sampel dan standard.

c. Metode adisi standard

Metode ini banyak digunakan karena mampu meminimalisir kesalahan yang disebabkan oleh perbedaan kondisi lingkungan (matriks) sampel dan dipindahkan ke dalam labu takar. Suatu larutan diencerkan hingga volume tertentu, kemudian diukur absorbansinya tanpa penambahan larutan standard. Sedangkan larutan lainnya yang belum diukur dapat ditambahkan larutan standard kemudian dilakukan pengenceran seperti pada larutan pertama.

3.4 Uji Profisiensi

Uji banding antar laboratorium atau uji profisiensi adalah suatu program yang dilakukan untuk memantau kualitas eksternal laboratorium dengan cara membandingkan kinerja laboratorium tertentu dengan populasi laboratorium lainnya. Hal ini bertujuan agar laboratorium dapat mengetahui seberapa akurat dan presisi hasil pengujian yang dihasilkan. Uji profisiensi berperan penting dalam proses akurasi. Hasil pengujian uji profisiensi dapat menentukan benar atau tidaknya pengujian tersebut serta dapat memberikan informasi, apakah proses yang dilakukan sesuai atau tidak sesuai, dan langkah apa yang perlu diperbaiki. Uji profisiensi adalah salah satu strategi yang dapat mengungkapkan contoh kesalahan pada laboratorium (Mejia dkk., 2020).

Pelaksanaan uji profisiensi dapat memberikan peranan penting pada laboratorium yang di uji. Pihak ketiga digunakan untuk memastikan objektivitas dalam penilaian dan memungkinkan adanya analisis antar laboratorium. Serta memenuhi persyaratan yang telah ditentukan dalam ISO 17025 (Budiantari, dkk., 2012).

- a. Evaluasi kinerja laboratorium dalam pengujian atau pengukuran tertentu dan pemantauan kinerja laboratorium secara serentak.
- b. Identifikasi permasalahan di laboratorium serta inisiasi tindakan untuk peningkatan misalnya, yang dapat berhubungan dengan prosedur pengujian atau pengukuran kinerja staf individu atau kalibrasi peralatan yang kurang memadai.
- c. Penetapan efektifitas dan kesebandingan (*comparability*) metode pengujian atau pengukuran.

- d. Peningkatan kepercayaan pelanggan terhadap laboratorium.
- e. Identifikasi perbedaan antar laboratorium.
- f. Edukasi bagi laboratorium-laboratorium yang berpartisipasi berdasarkan hasil dari uji banding.
- g. Validasi klaim ketidakpastian.
- h. Evaluasi karakteristik kinerja dari sebuah metode sering dinyatakan sebagai uji coba kolaboratif.
- i. Penetapan nilai bahan acuan dan penilaian kelayakan yang digunakan dalam prosedur uji tertentu atau prosedur pengukuran tertentu.

Pengujian kompetensi meliputi penggunaan perbandingan antar laboratorium (*inter laboratory comparisons*) untuk mengevaluasi performa laboratorium. Namun, uji banding antar laboratorium tidak selalu bertujuan untuk validasi atau penetapan nilai acuan, karena pada kegiatan tersebut laboratorium dianggap telah berkompeten, namun uji banding tetap dapat dilakukan sebagai pembuktian dari kompetensi laboratorium secara independen. (Budiantari, dkk., 2012).

Salah satu metode pada uji profisiensi yaitu untuk mengevaluasi kinerja laboratorium. Keunggulan dari uji profisiensi adalah memberikan keyakinan dalam hasil metode pengujian yang sedang diikuti. Hasil uji profisiensi dapat mengidentifikasi masalah yang mungkin dimiliki oleh laboratorium melalui analisis, menentukan kebutuhan penelitian, memberikan informasi yang dapat membantu perencanaan dimasa yang akan datang untuk meningkatkan keterampilan tenaga kerja serta peralatan. Kreadibilitas dan konsistensi antar laboratorium (harmonisasi dan standarisasi) dapat dinilai melalui akurasi hasil pengujian berdasarkan analisa hasil uji profisiensi peserta (Angeliya dkk., 2020).

Tujuan utama dilakukannya uji profisiensi yaitu sebagai penyedia perangkat jaminan mutu bagi laboratorium-laboratorium dalam membandingkan kinerja suatu laboratorium terhadap laboratorium yang sejenis, sehingga dapat melakukan langkah perbaikan jika terdapat ketidaksesuaian. Uji profisiensi didesain sebagai peringatan bahwa suatu laboratorium sudah harus memodifikasi prosedurnya.

Persyaratan uji profisiensi antar laboratorium mengenai kalibrasi dan pengujian berdasarkan dokumen SNI 17025 penilaian uji banding antar

laboratorium dapat dilakukan melalui beberapa aspek, seperti ketersediaan tenaga kerja yang memiliki kemampuan yang memadai sesuai dengan lingkup pengujian, peralatan yang sesuai dan terkalibrasi dengan jelas mengacu pada satuan SI (Standar Internasional), metode pengujian yang tepat, dan mekanisme yang diimplementasikan untuk memastikan kualitas hasil pengujian. (Harjito, 2019).

ISO/IEC 1725:2017 merupakan standar akreditasi laboratorium pengujian dan kalibrasi yang digunakan oleh laboratorium yang mengembangkan sistem manajemen mutu, administrasi, dan teknis untuk mendukung kegiatan operasional laboratorium. SNI ISO/IEC 17025:2017 dikembangkan oleh *International Organization for Standardization/International Electrotechnical Commission* mengenai persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan kalibrasi yang menjadi acuan standardisasi laboratorium kelas dunia. Lembaga yang menguji standar di Indonesia adalah Komite Akreditasi Nasional (KAN). Penerapan standar ini perlu dilakukan pengujian untuk menguji atau menentukan karakteristik, kandungan dan parameter yang dapat menentukan mutu suatu produk, komponen di laboratorium (Wijaya, dkk., 2022).

Standar ini bertujuan untuk mengembangkan kepercayaan dalam pengoperasian laboratorium dan membuat persyaratan untuk menunjukkan bahwa laboratorium beroperasi dengan menerapkan tata kelola yang baik dan tidak memihak serta dapat memberikan hasil yang diakui. ISO 17025:2017 memiliki persyaratan dalam system manajemen meliputi: dokumentasi sistem manajemen, pengendalian dokumen sistem manajemen, pengendalian catatan, tindakan untuk mengatasi risiko dan memanfaatkan peluang, perbaikan, tindakan korektif, audit internal, serta tinjauan manajemen (Wijaya, dkk., 2022).

Standar yang digunakan dalam pengadaan uji profesiensi yaitu ISO/IEC 17043:2010. ISO/IEC17043:2010 merupakan standar yang dapat menilai kompetensi penyedia uji profesiensi serta mengakomodasikan penyedia uji profesiensi dalam menangani data uji profesiensi kualitatif dan kuantitatif yang dilaporkan peserta. Standar ISO/IEC 17043 memiliki lima klausa, antara lain: ruang lingkup, referensi normatif, istilah dan definisi, persyaratan teknis, dan persyaratan manajemen. Uji Profesiensi yang dilakukan berdasarkan ISO/IEC

17043:2010 penyedia uji profisiensi harus menetapkan kriteria homogenitas dan stabilitas berdasarkan pengaruh dari variabilitas item uji profisiensi pada evaluasi kinerja peserta. Manfaat dari persyaratan ini adalah untuk memastikan bahwa semua peserta menerima sampel uji dari uji profisiensi yang sebanding dan stabil (Krismastuti, 2021).

Penyelenggaraan uji profisiensi harus memenuhi prinsip-prinsip ISO 17043:2010 “Kesesuaian penilaian-Persyaratan umum untuk uji profisiensi” dan ISO 13528:2015 “Metode statistika digunakan dalam uji profisiensi dengan perbandingan antar laboratorium” (Hadi, 2016). Uji homogenitas dievaluasi berdasarkan ISO 13528:2015 dimana dilakukan dengan mengambil secara acak 10 sampel uji yang telah dikemas, kemudian duji secara duplo (Oktarina, 2021).

Uji homogenitas dan uji stabilitas dilakukan untuk menjamin bahwa sampel tetap diterima homogen dan stabil oleh laboratorium peserta. Uji homogenitas dilakukan pada sampel uji untuk mengetahui bahwa sampel cukup homogen untuk dilakukan uji profisiensi. Penilaian uji homogenitas didasarkan pada perbandingan standar deviasi antar-sampel S_s dengan standar deviasi uji profisiensi (σ_{pt}) (Asiah, 2017).

$$S_s \leq 0,3\sigma_{pt}$$

dimana:

σ_{pt} : standar deviasi uji profisiensi

S_s : nilai heterogenitas contoh uji profisiensi yang merupakan standar deviasi antara seluruh contoh uji homogenitas, yang dirumuskan sebagai berikut:

$$\sqrt{S_x^2 - \left(\frac{S_w^2}{2}\right)}$$

dimana:

S_x : standar deviasi rata-rata contoh uji

S_w : standar deviasi antar contoh uji simplo dan duplo

Sedangkan untuk penilaian uji stabilitas didasarkan pada perbandingan antara rata-rata hasil pengukuran yang dilakukan pada uji stabilitas. Sampel dinyatakan stabil apabila:

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3\sigma_{pt}$$

dimana:

\bar{y}_1 : rata-rata kadar pengujian hasil uji homogenitas

\bar{y}_2 : rata-rata pengujian hasil uji stabilitas.

Setelah dilaksanakannya uji homogenitas dan uji stabilitas dapat dilakukan uji banding antar laboratorium. Data uji profisiensi yang tidak homogen dapat dieliminasi menggunakan uji dixon. Uji dixon dilakukan untuk menyeleksi data hasil uji banding antar laboratorium. Metode yang digunakan dalam uji dixon yaitu dengan menyusun data dari yang terendah (X_1) hingga tertinggi (X_n). Tergantung pada jumlah datanya, kumpulan data pada uji dixon dapat dikelompokkan menjadi tiga, yaitu kelompok pertama untuk hasil data 3-7, kelompok kedua untuk hasil data 8-12, kelompok terakhir untuk hasil data 13-40 (Wardhani & Nurbayanti, 2016).

Setelah dikelompokkan, kemudian pada masing-masing kelompok dibagi lagi menjadi dua bagian, yaitu bagian data terendah dan bagian data tertinggi. Selanjutnya dilakukan evaluasi data yang terkecil dan yang terbesar menggunakan rumus D_{hitung} dan hasilnya dibandingkan dengan nilai D_{tabel} . Jika $D_{hitung} > D_{tabel}$ maka data tersebut merupakan pencilan dan dapat dibuang (Wardhani & Nurbayanti, 2016).

Pengolahan data hasil pengujian yang disampaikan oleh laboratorium peserta dilakukan berdasarkan teknik statistik *robust* nilai z (z -score). Z -score merupakan penyimpangan jumlah standar deviasi dari rata-rata titik data atau ukuran berapa banyak standar deviasi di bawah atau di atas rata-rata populasi. z -score juga dikenal sebagai skor standar dan dapat diaplikasikan pada sampel yang memiliki kurva distribusi normal (Asiah, 2017).

Penilaian z -score dilakukan setelah tercapainya uji homogenitas dan uji stabilitas. Penilaian z -score berguna untuk menilai akurasi laboratorium peserta yang mengikuti uji profisiensi. Berdasarkan penilaian z -score terdapat z -score *within* dan z -score *between*. z -score *within* digunakan untuk menilai presisi

laboratorium, sedangkan *z-score between* untuk menilai akurasi laboratorium (Ratnawati, 2011).

Cara untuk membandingkan simpangan atau deviasi yang dihasilkan dari laboratorium terhadap simpangan popuasi yaitu dengan metode *z-score*. Penilaian *z-score within* memiliki prinsip dengan cara membandingkan perbedaan pengujian di laboratorium dengan perbedaan populasi. Sedangkan untuk *z-score between*, didapatkan dengan membandingkan nilai yang diperoleh laboratorium dengan populasi. Hasil yang didapatkan akan diubah ke nilai *z-score* berdasarkan persamaan berikut (Sofianti & Rhoito, 2011):

$$Z_{score} = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

Dimana:

x_i adalah hasil uji profisiensi

x_{pt} adalah nilai acuan yang telah ditetapkan (*assigned value*)

σ_{pt} adalah standar deviasi uji profisiensi

Unjuk kerja setiap laboratorium dinilai berdasarkan *z-score* yang diperoleh dari laboratorium tersebut. Berdasarkan *z-score* unjuk kerja dapat dibedakan menjadi tiga, yaitu *inlier*, *straggler*, dan *outlier* (Sofianti & Rhoito, 2011).

- Nilai *z-score* antara -2 dan 2 ($0 < |Z| < 2$) masuk kedalam kriteria dapat diterima atau *inlier*.
- Nilai *z-score* antara -3 dan -2 atau antara 2 dan 3 ($2 < |Z| < 3$) masuk kedalam kriteria meragukan atau *straggler* (*warning limit*) dan diberi tanda §.
- Nilai *z-score* $Z > 3$ dan $Z < -3$ ($-3 < |Z| > 3$) masuk kedalam kriteria tidak dapat diterima atau *outlier* dan diberi tanda §§.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu labu ukur, gelas beker, piper tetes, pipet ukur, erlenmeyer, gelas ukur, kaca arloji, corong gelas, pemanas listrik, labu semprot, neraca analitik, Spektrofotometer Serapan Atom Perkin Elmer's PinAAcle 900T, dan lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*) Cr.

4.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sampel air mineral, larutan HNO₃ pekat dari Merck, aquades, media penyaring dengan ukuran pori 0,45 µm, dan larutan standar Cr dari Merck.

4.2 Prosedur Penelitian

4.2.1 Preparasi sampel uji logam terlarut

Sampel uji disaring terlebih dahulu menggunakan media penyaring dengan ukuran pori 0,45 µm. setelah disaring kemudian disiapkan sampel uji untuk siap didekstruksi.

4.2.2 Preparasi sampel uji logam total (dengan dekstruksi HNO₃)

Sampel uji disiapkan untuk pengujian logam total, adapun tahapan dalam pengujannya yaitu mula-mula sampel uji dihomogenkan dengan cara diambil secara kuantitatif 100 mL sampel uji, sampel uji dimasukkan ke dalam gelas beker 250 mL. Ditambahkan 5 mL HNO₃ pekat ke dalamnya, kemudian gelas beker ditutup dengan kaca arloji. Selanjutnya dipanaskan secara perlahan hingga volumenya menjadi 10 mL – 20 mL. Apabila dalam proses dekstruksi belum sempurna atau tidak jernih, maka ditambahkan kembali sebanyak 5 mL HNO₃ pekat. Kemudian ditutup kembali gelas beker menggunakan kaca arloji dan dipanaskan kembali tetapi tidak medidih. Proses ini dilakukan secara berulang-ulang hingga seluruh logam larut, pemanasan dihentikan ketika warna endapan dalam sampel uji menjadi agak putih atau sampel uji menjadi jernih. Setelah

proses tersebut selesai, bilas kaca arloji dengan air bebas mineral kemudian air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas beker. Labu ukur 100 mL yang telah disiapkan dimasukkan sampel uji kedalamnya (bila perlu disaring) kemudian ditambahkan air bebas mineral hingga tepat tanda batas (tera) kemudian digojok hingga homogen. Sampel uji siap diukur serapannya.

4.2.3 Pembuatan larutan deret standar dengan logam Cr

Pembuatan larutan baku atau larutan deret standar dimulai dari larutan 100mg/L. 10 mL larutan induk logam Cr 1.000 mg/L dipipet, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan aquades atau larutan pengencer hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan. Selanjutnya dibuat larutan baku 10 mg/L, dilakukan dengan dipipet 10 mL larutan baku logam Cr 100 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Aquades ditambahkan sampai tanda batas dan dihomogenkan.

4.2.4 Pembuatan larutan kerja

Metode ini dilakukan sesuai dengan SNI 6989.84:2019. Larutan kerja logam dibuat dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) dengan kadar yang berbeda secara proposional dan berada pada rentang pengukuran. Larutan baku Cr 10 mg/L dipipet sebanyak 4, 3, 2, dan 1 mL, masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

4.2.5 Pembuatan kurva kalibrasi

Metode ini dilakukan sesuai dengan SNI 6989.84:2019. Kurva kalibrasi dibuat dengan cara dioperasikan peralatan serta dioptimalkan penggunaan alat untuk logam Cr sesuai dengan petunjuk. Kemudian ke dalam SSA-nyala larutan blanko diaspirasikan dan diatur serapannya hingga nol. Selanjutnya dilakuakn hal yang sama yaitu diaspirasikan satu persatu larutan sampel ke dalam SSA-nyala, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang 357,9 nm dan dicatat. Selanjutnya selang aspirator dibilas dengan aquades. Data hasil pengukuran larutan kerja dibuat kurva kalibrasi dan ditentukan persamaan garis lurusnya. Jika

koefisien korelasi regresi linier (r) $< 0,995$, periksa kondisi alat dan diulangi dari pengukuran blanko hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

4.2.6 Pengujian sampel uji

Pengujian dilakukan dengan diaspirasikan sampel uji ke dalam SSA-nyala dan diukur pada panjang gelombang 357,9 nm. Apabila hasil serapan lebih besar dari kisaran kadar optimum maka perlu dilakukan pengenceran. Setelah selesai pengukuran dan terdapat pada kisaran, dicatat hasil pengukuran yang diperoleh.

4.2.7 Perhitungan

Untuk mengetahui kadar logam dapat dihitung menggunakan rumus berikut:

$$\text{Kadar logam (mg/L)} = C \times fp$$

Keterangan :

C = kadar logam yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)

fp = faktor pengenceran

4.2.8 Penyediaan Bahan Uji Profisiensi (BUP) untuk Uji Homogenitas

Sebelum dilakukan uji profisiensi, bahan uji profisiensi disediakan sebanyak 10 botol untuk uji homogenitas. Masing-masing botol uji diuji sebanyak dua kali pengulangan atau duplo. Data hasil analisis tersebut dihitung secara statistik untuk memperoleh homogenitas BUP, perhitungan statistik yang digunakan meliputi:

1. Hitung rata – rata hasil uji siplo dan duplo (X_t) dengan rumus:
$$X_t = (X_{t1} + X_{t2}) / 2$$
, dimana X_{t1} adalah hasil uji ke-1 dan X_{t2} hasil uji ke-2
2. Hitung selisih absolut (W_t) dari hasil siplo dan duplo dengan rumus:
$$W_t = |X_{t1} - X_{t2}|$$
3. Hitung rata – rata umum (X_r) dengan rumus: $X_r = \Sigma X_t / g$, dimana g adalah jumlah subsampel yang digunakan.
4. Hitung standar deviasi dari rata – rata subsampel (S_x) dengan rumus:

$$S_x = \sqrt{\sum \frac{(X_t - X_r)^2}{(g-1)}}$$

5. Hitung standar deviasi *within samples* (S_w) dengan rumus:

$$S_w = \sqrt{\sum w_t^2 / (2g)}$$

6. Hitung standar deviasi *between sample* (S_s) dengan rumus:

$$S_s = \sqrt{S_x^2 - \left(\frac{S_w^2}{2}\right)}$$

7. Sampel dikatakan homogen, bila $S_s \leq 0,3 \sigma$. Dimana σ adalah standar deviasi untuk asesmen profisiensi (SDPA), σ dapat ditetapkan melalui CV_{Horwitz} . $CV_{\text{Horwitz}} = 0,67 \times 2^{(1,05 \log C)}$

4.2.9 Penyediaan Bahan Uji Profisiensi untuk Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan dengan menggunakan dua sampel secara acak dari sepuluh sampel hasil uji homogenitas. Berdasarkan 2 data yang diperoleh dari hasil uji dengan masing-masing dua kali pengulangan (duplo) sehingga didapatkan 4 data dan dihitung stabilitasnya. Sampel stabil jika $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3\sigma_{pt}$.

4.2.10 Penyediaan Bahan Uji Profisiensi untuk Uji Stabilitas Pengaruh Transportasi

Bahan uji profisiensi disediakan dengan cara dibuat sama dengan uji homogenitas. Kemudian 2 sampel dipanaskan di dalam oven selama 3 jam (untuk transportasi 3 jam) pada suhu 30°C. Selanjutnya dianalisis dan dihitung stabilitas transportasi selama 3 jam. Kemudian 2 sampel lainnya dipanaskan di dalam oven selama 5 jam (untuk transportasi 5 jam) pada suhu 30°C. Selanjutnya dianalisis dan dihitung stabilitas transportasi selama 5 jam.

4.2.11 Pengiriman Bahan Uji Profisiensi ke Laboratorium Penguji

Sebanyak 10 sampel dikirim ke 5 laboratorium dengan masing-masing laboratorium menerima 2 sampel dan diuji secara duplo. Hasil analisis logam Cr kemudian diolah dengan *z-score* untuk mengetahui kinerja laboratorium.

4.2.12 Penentuan Nilai Acuan Standar Deviasi

Penentuan nilai acuan yang digunakan dengan menggunakan nilai consensus dari laboratorium peserta. Menggunakan pendekatan ini, nilai acuan X untuk sampel uji digunakan dalam skema uji profisiensi didapatkan dari rata – rata *robust* dari hasil yang dilaporkan oleh semua laboratorium peserta. Setelah

diperoleh nilai acuan dari rata-rata *robust*, dihitung ketidakpastian standar dari acuan X diperkirakan sebagai : $\mu_x = 1,25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}$.

S^* adalah standar deviasi *robust*. Sementara itu untuk penentuan standar deviasi uji profisiensi (σ_{pt}) menggunakan data peserta dalam skema uji profisiensi.

4.2.13 Perhitungan Uji Dixon

Perhitungan Uji dixon dilakukan untuk menyeleksi data hasil uji profisiensi. Data disusun terlebih dahulu mulai dari yang terendah hingga yang tertinggi agar dapat diuji dengan uji dixon. Setelah diurutkan, data dibuang dengan melihat nilai pada Tabel 2.

Tabel 1. Cara perhitungan uji dixon

Jumlah Data	Untuk Data Terendah	Untuk Data Tertinggi
Antara 3-7	$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1} > D_n$	$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1} > D_n$
Antara 8-12	$\frac{X_2 - X_1}{X_{n-1} - X_1} > D_n$	$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2} > D_n$
Antara 13-40	$\frac{X_3 - X_1}{X_{n-2} - X_1} > D_n$	$\frac{X_n - X_{n-2}}{X_n - X_3} > D_n$

Tabel 2. Nilai Dn untuk uji dixon

N	95%	n	95%	n	95%
3	0,970	17	0,529	31	0,407
4	0,829	18	0,514	32	0,402
5	0,710	19	0,501	33	0,397
6	0,628	20	0,489	34	0,393
7	0,569	21	0,478	35	0,388
8	0,608	22	0,468	36	0,384
9	0,564	23	0,459	37	0,381
10	0,53	24	0,451	38	0,377
11	0,502	25	0,443	39	0,374
12	0,479	26	0,436	40	0,371
13	0,611	27	0,429		
14	0,586	28	0,423		
15	0,565	29	0,417		
16	0,546	30	0,412		

4.2.14 Perhitungan *Z-score*

Hasil akhir mengenai kinerja masing-masing laboratorium diperoleh dari perhitungan *Z-score*. Tahapan awal adalah menghitung algoritma A-robust yang sudah dilakukan pada tahap sebelumnya, perhitungan tersebut diaplikasikan untuk menentukan nilai konsensus. Nilai konsensus yang didapatkan digunakan untuk perhitungan *Z-score*. Berikut rumus untuk menghitung nilai *Z*:

$$Z_i = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sigma_{pt}} \quad Z'_i = \frac{X_i - X_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(X_{pt})}}$$

Keterangan

X_i = hasil uji profisiensi

X_{pt} = nilai acuan

Σ_{pt} = nilai standar deviasi uji provisiensi

$\mu(X_{pt})$ = estimasi ketidakpastian nilai acuan

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Cara untuk mengetahui unjuk kerja laboratorium dengan dilakukannya uji banding laboratoium yaitu dengan uji profisiensi. Uji profisiensi memiliki tujuan yaitu sebagai penyedia perangkat jaminan mutu bagi laboratorium-laboratorium dalam membandingkan kinerja suatu laboratorium terhadap laboratorium yang sejenis, sehingga dapat melakukan langkah perbaikan jika terdapat ketidaksesuaian.

Pelaksanaan uji profisiensi di laboratorium pengujian harus memenuhi persyaratan standar internasional yaitu ISO/IEC 17025:2017. Sesuai dengan ISO 17025, disebutkan bahwa laboratorium wajib menjamin kualitas hasil pengujian dengan mengikuti uji banding antar laboratorium atau program uji profisiensi. Sehubungan dengan ini, untuk memenuhi prinsip-prinsip ISO 17043:2010 dan ISO 13528:2015 maka perlu dilakukan uji profisiensi. Prinsip utama ISO 17043:2010 berbunyi “Kesesuaian penilaian-Persyaratan umum untuk uji profisiensi” dan ISO 13528:2015 “Metode statistika digunakan dalam uji profisiensi dengan perbandingan antar laboratorium” (Hadi, 2016).

Material dan metode analisis yang digunakan pada uji profisiensi harus sama dan sesuai. Uji profisiensi yang dilakukan dapat melihat apakah hasil uji suatu laboratorium akurat dan memuaskan. Selain itu, uji profisiensi juga bermanfaat untuk menyediakan perangkat jaminan mutu laboratorium dalam membandingkan kinerja laboratorium terhadap laboratorium lain yang sejenis, sehingga dapat melakukan perbaikan jika ada ketidaksesuaian (Niken, 2018).

Penyelenggara uji profisiensi harus menyediakan sampel uji dan memastikan bahwa sampel uji profisiensi yang akan dibagikan kepada peserta laboratorium sudah homogen dan stabil. Sampel uji yang dianalisis yaitu logam Cr dalam air mineral. Uji profisiensi dapat dikatakan homogen dan stabil ketika sampel telah dianalisis oleh peserta. Pembuatan sampel uji profisiensi dibuat secara volumetrik dengan memperhitungkan estimasi ketidakpastian pengujian. Analisis yang dilakukan oleh peserta laboratorium yaitu dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Seluruh laboratorium peserta harus melakukan pengujian dalam kurun waktu tertentu yang telah ditentukan oleh penyelenggara, harus melakukan pengujian bahan uji profisiensi dan hasilnya dikirim ke penyelenggara. Data hasil uji profisiensi selanjutnya dianalisis untuk mengetahui adanya data yang memuaskan atau tidak. Data yang diterima akan diolah menggunakan statistik *z-score* (Asiah, 2017).

Semua kegiatan atau informasi yang disampaikan peserta kepada penyelenggara uji profisiensi tetap dijaga kerahasiaanya. Oleh karena itu, identitas laboratorium peserta tidak disebutkan secara lengkap pada saat pelaksanaan uji profisiensi, melainkan hanya berupa simbol (kode). Laboratorium peserta hanya mengizinkan pihak penyelenggara yang berwenang (*authorized person*) atau personil penghubung (*contact person*) untuk mengetahui kode-kode laboratorium peserta.

5.1 Uji Homogenitas

Hasil analisis yang diperoleh selanjutnya dilakukan uji homogenitas untuk memastikan data yang dihasilkan valid. Uji homogenitas dievaluasi berdasarkan ISO 13528:2015 dimana 10 sampel uji yang telah dikemas diambil secara acak, kemudian duji sebanyak dua kali (duplo) (Oktarina, 2021). Uji homogenitas dilakukan untuk memastikan bahwa sampel yang diuji memiliki keseragaman yang baik. Metode statistika dilakukan untuk menghitung standar deviasi antar sampel (S_s) sebagaimana dapat dilihat pada pengolahan data uji homogenitas pada logam Cr dalam air mineral yang terdapat pada Tabel 3.

Sebagai langkah awal sampel uji dibagi 10 bagian, kemudian setiap bagiannya diberi kode dan dibagi menjadi 2 bagian (pengulangan 1 dan pengulangan 2) untuk diuji kadar Cr dalam sampel serta dianalisis secara duplo.

Berdasarkan Tabel 3. terdapat data 10 sampel uji yang diuji secara duplo. Data uji homogenitas yang diperoleh menunjukkan hasil yang homogen. Data sampel yang diperoleh merupakan data acak dari uji profisiensi. Berdasarkan 10 sampel yang diuji memiliki nilai yang tidak jauh berbeda. Data sampel yang

diperoleh dengan nilai terendah sebesar 0,670 mg/L dan nilai tertinggi sebesar 0,807 mg/L. Hasil data yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Data uji homogenitas analisis logam kromium (Cr) dalam sampel air mineral.

Kode sampel	Hasil Uji Cr (mg/L)		xt	wt	wt^2	$(xt-\bar{X})^2$
	Pengulangan 1	Pengulangan 2				
XY1	0,738	0,715	0,727	0,023	0,001	0,000
XY2	0,763	0,749	0,756	0,014	0,000	0,001
XY3	0,764	0,764	0,764	0,000	0,000	0,001
XY4	0,778	0,751	0,765	0,027	0,001	0,001
XY5	0,807	0,728	0,768	0,079	0,006	0,001
XY6	0,695	0,670	0,683	0,025	0,001	0,002
XY7	0,717	0,693	0,705	0,024	0,001	0,001
XY8	0,712	0,688	0,700	0,024	0,001	0,001
XY9	0,720	0,772	0,746	0,052	0,003	0,000
XY10	0,697	0,707	0,702	0,010	0,000	0,001
g	10					
\bar{X}	0,7314					
S_x	0,0321					
S_x^2	0,0010					
S_w	0,0248					
S_w^2	0,0006					
S_s	0,0268					

Diketahui:

\bar{X} = general average

xt = sample average

wt = between test portion ranges

Berdasarkan Tabel 3. \bar{X} merupakan rata-rata keseluruhan sampel uji homogenitas. Rata-rata yang telah diperoleh merupakan rata-rata kadar sampel logam Cr dalam air mineral. Rata-rata sampel yang diperoleh sebesar 0,7314 mg/L. menurut SNI 3553:2015 hasil kadar yang diperoleh melebihi batas aman untuk dikonsumsi yaitu sebesar 0,05 mg/L.

Penelitian tentang kadar logam pada air juga dilakukan oleh Mairizki (2017) tentang analisis kualitas air minum isi ulang disekitaran kampus Universitas Islam Riau. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar logam Cr

yang diperoleh $< 0,05$ mg/L. Berdasarkan penelitian yang dilakukan menunjukkan bahwa air minum isi ulang aman dikonsumsi sebagai air minum.

Selanjutnya S_x atau standar deviasi rata-rata sampel uji dihitung dan diperoleh S_x sebesar 0,0321. Kemudian dihitung S_w atau standar deviasi antar sampel uji simplo maupun duplo diperoleh sebesar 0,0248. S_s (*between-samples standard deviation*) adalah nilai heterogenitas sampel uji profisiensi yang merupakan standar deviasi antara seluruh sampel uji homogenitas. Nilai S_s akan dibandingkan dengan nilai SDPA yang dihasilkan dari perhitungan $C_{V\text{Hortwitz}}$ merupakan salah satu cara untuk mengetahui homogenitas sampel. SDPA (*Standard Deviation for Proficiency Assesment*) merupakan nilai standar deviasi untuk uji profisiensi.

Berdasarkan ISO 13528:2015 nilai S_s tidak boleh melebihi nilai dari 0,3 SDPT dan 0,3 SDPA. Nilai S_s yang diperoleh sebesar 0,0268 dari hasil tersebut kemudian dihitung 0,3 SDPT dan 0,3 SDPA untuk mengetahui homogen atau tidaknya hasil pengujian. SDPT merupakan standar deviasi yang telah ditetapkan (*assigned value*) oleh penyelenggara. Nilai SDPT yang diperoleh sebesar 0,1097 kemudian dihitung nilai 0,3 SDPT diperoleh sebesar 0,0329. SDPA merupakan standar deviasi untuk uji profisiensi. Nilai SDPA yang diperoleh sebesar 0,1227 kemudian dihitung nilai 0,3 SDPA diperoleh sebesar 0,0368. Hasil yang disajikan pada Tabel 3. menunjukkan sampel yang diuji homogen karena $S_s < 0,3$ SDPT yaitu $0,02683 < 0,0329$ dan lebih kecil 0,3 SDPA yaitu $0,02683 < 0,03679$. Berdasarkan perhitungan uji homogenitas yang telah dilakukan dapat dinyatakan sampel bersifat homogen.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Asiah (2017) tentang uji profisiensi logam berat dalam air bersih menunjukkan bahwa nilai S_s yang diperoleh $< 0,3$ SDPA yaitu $0,000902 < 0,0015$. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa bahan uji homogen karena nilai $S_s < 0,3$ SDPA.

5.2 Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan setelah diperoleh hasil dari uji homogenitas. Tabel 4 menggunakan data sampel acak dari uji homogenitas. Tabel 5 merupakan data yang diperoleh dari faktor transportasi selama 3 jam, dan pada Tabel 6 merupakan

data yang diperoleh dari faktor transportasi selama 5 jam. Suatu sampel dapat dikatakan stabil apabila hasil dari data yang diperoleh tidak melebihi $0,3 \sigma_{pt}$.

Uji stabilitas dilakukan untuk menjamin bahwa sampel yang telah diuji memiliki sifat yang sama dan masih memenuhi parameter kriteria selama penyimpanan. Uji stabilitas memiliki prinsip yaitu dimana rata-rata yang diperoleh dalam uji homogenitas (y_1), dibandingkan dengan nilai rata-rata yang diperoleh dari uji stabilitas (y_2). Biasanya dilakukan dengan mengukur setidaknya 2 sampel secara duplikat. Perbedaan absolut antara keduanya akan menjadi dasar untuk mengevaluasi stabilitas menurut persamaan $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$. Pada Tabel 4. merupakan hasil dari uji homogenitas yang telah dilakukan dan diambil 2 sampel uji secara acak.

Tabel 4. Data uji stabilitas pada analisis logam kromium (Cr) dalam sampel air mineral sampel acak.

Sampel stabilitas	Pengulangan 1	Pengulangan 2	y'
XY2	0,763	0,749	0,7560
XY4	0,778	0,751	0,7645
		y2 (y dari rata-rata stabilitas)	0,7603
		y1 (y dari rata-rata homogenitas)	0,7314
		$ y_1 - y_2 $	0,0288

Berdasarkan Tabel 4. data uji stabilitas diambil dari dua sampel uji homogenitas yang diambil secara acak yang diuji secara duplo. Data yang diambil hasilnya tidak jauh berbeda. Uji stabilitas dapat dikatakan stabil jika nilai $|y_1 - y_2|$ tidak melebihi $0,3 \sigma_{pt}$. Berdasarkan Tabel 4. y_2 merupakan y dari rata-rata stabilitas, diperoleh nilai y_2 sebesar 0,7603. Sedangkan y_1 merupakan y dari rata-rata homogenitas. Nilai y_1 yang diperoleh sebesar 0,7314. σ_{pt} merupakan standar deviasi yang telah ditetapkan (*assigned value*) oleh penyelenggara. Nilai σ_{pt} yang diperoleh sebesar 0,1097 kemudian dihitung nilai $0,3 \sigma_{pt}$ diperoleh sebesar 0,0329. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa sampel yang diuji stabil karena $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0288 < 0,0329$. Berdasarkan perhitungan uji stabilitas yang telah dilakukan dapat dinyatakan sampel bersifat stabil.

Selanjutnya dilakukan pengujian terhadap 2 sampel yang telah dioven selama 3 jam pada suhu 30°C. Hasil dari uji stabilitas dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Data uji stabilitas pada analisis logam kromium (Cr) dalam sampel air mineral faktor transportasi selama 3 jam.

Sampel stabilitas	Pengulangan 1	Pengulangan 2	y'
XY11.1	0,680	0,658	0,6690
XY11.2	0,742	0,735	0,7385
		y2 (y dari rata-rata stabilitas)	0,7038
		y1 (y dari rata-rata homogenitas)	0,7314
		$ y\bar{1}-y\bar{2} $	0,0277

Berdasarkan hasil uji stabilitas yang terdapat pada Tabel 5. dapat dilihat pada suhu 30°C dengan waktu oven 3 jam menunjukkan keadaan yang stabil. Uji stabilitas dapat dikatakan stabil jika nilai $|y\bar{1}-y\bar{2}|$ tidak melebihi $0,3\sigma_{pt}$. Berdasarkan Tabel 5. y_2 merupakan y dari rata-rata stabilitas, diperoleh nilai y_2 sebesar 0,7038. Sedangkan y_1 merupakan y dari rata-rata homogenitas. Nilai y_1 diperoleh sebesar 0,7314. σ_{pt} merupakan standar deviasi yang telah ditetapkan (*assigned value*) oleh penyelenggara. Nilai σ_{pt} yang diperoleh sebesar 0,1097 kemudian dihitung nilai $0,3 \sigma_{pt}$ diperoleh sebesar 0,0329. Hasil yang diperoleh pada uji stabilitas menunjukkan bahwa sampel yang diuji stabil karena $|y\bar{1}-y\bar{2}| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0277 < 0,0329$. Berdasarkan perhitungan uji stabilitas yang telah dilakukan dapat dinyatakan sampel bersifat stabil walaupun dioven selama 3 jam pada suhu 30°C.

Selanjutnya dilakukan pengujian terhadap 2 sampel yang telah dioven selama 5 jam pada suhu 30°C. Hasil dari uji stabilitas dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Data uji stabilitas pada analisis logam kromium (Cr) dalam sampel air mineral faktor transportasi selama 5 jam

Sampel stabilitas	Pengulangan 1	Pengulangan 2	y'
XY12.1	0,777	0,768	0,7725
XY12.2	0,718	0,728	0,7230
		y2 (y dari rata-rata stabilitas)	0,7478
		y1 (y dari rata-rata homogenitas)	0,7314
		$ y\bar{1}-y\bar{2} $	0,0163

Berdasarkan hasil uji stabilitas yang terdapat pada Tabel 6. dapat dilihat pada suhu 30°C dengan waktu oven selama 5 jam menunjukkan keadaan yang stabil. Uji stabilitas dapat dikatakan stabil jika nilai $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ tidak melebihi $0,3\sigma_{pt}$. Berdasarkan Tabel 6. y_2 merupakan y dari rata-rata stabilitas, diperoleh nilai y_2 sebesar 0,7478. Sedangkan y_1 merupakan y dari rata-rata homogenitas. Nilai y_1 yang diperoleh sebesar 0,7314. σ_{pt} merupakan standar deviasi yang telah ditetapkan (*assigned value*) oleh penyelenggara. Nilai σ_{pt} yang diperoleh sebesar 0,1097 kemudian dihitung nilai $0,3 \sigma_{pt}$ diperoleh sebesar 0,0329. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa sampel yang diuji stabil karena $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0163 < 0,0329$. Berdasarkan perhitungan uji stabilitas yang telah dilakukan dapat dinyatakan sampel bersifat stabil walaupun dioven selama 5 jam pada suhu 30°C.

Uji stabilitas yang dilakukan oleh Ridwan, & Nugraha (2018) mengenai nilai formulasi pada uji profisiensi pada air permukaan menunjukkan hasil yang stabil. Berdasarkan penelitian yang dilakukan diperoleh nilai $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ sebesar 0,061 nilai ini masih dibawah kriteria stabilitas yaitu sebesar 0,084. Sampel yang diuji dapat dikatakan stabil karena $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,061 < 0,084$.

Kesimpulan dari uji stabilitas yang telah dilakukan pada 3 data uji menunjukkan hasil yang stabil karena nilai $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| < 0,3 \sigma_{pt}$. Sampel yang telah melewati uji homogenitas dan uji stabilitas kemudian menunjukkan hasil yang homogen dan stabil dapat diberikan pada laboratorium peserta untuk dilakukan uji banding.

5.3 Uji Dixon

Sebelum dilakukannya uji *z-score* peserta uji banding sebanyak 5 laboratorium (identitas ditampilkan dengan kode) mula-mula diurutkan data dari yang terkecil kemudian dilakukan seleksi data menggunakan uji dixon. Hasil uji banding yang dilakukan secara duplo telah diurutkan disajikan pada Tabel 7. Berdasarkan hasil dari 5 laboratorium dideteksi terdapat 2 laboratorium yang hasilnya jauh berbeda dari laboratorium lainnya. Hasil seleksi data dengan uji dixon menunjukkan laboratorium C dan B tidak dibuang atau dapat terseleksi.

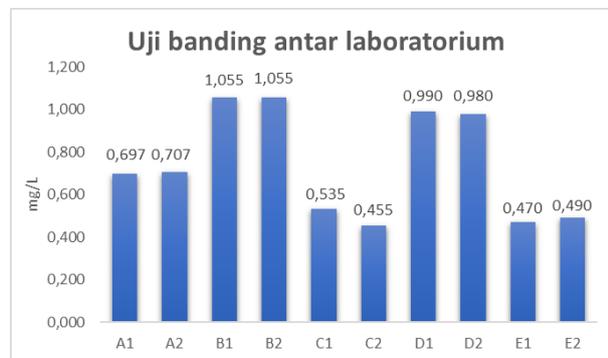
Tabel 7. Urutan hasil data antar laboratorium pada analisis logam kromium (Cr) dalam air mineral.

No	Kode Lab	Simplo	Duplo
1	E	0,470	0,490
2	C	0,535	0,455
3	A	0,697	0,707
4	D	0,990	0,980
5	B	1,055	1,055

Tabel 8. Hasil Uji Dixon pada analisis logam kromium (Cr) dalam air mineral

Hasil	Jumlah	Data terendah	Data tertinggi	D tabel		Kesimpulan
				D _n	95%	
Simplo	5	0,111		5	0,71	Data C tidak dibuang
	5		0,125	5	0,71	Data B tidak dibuang
Duplo	5	0,061		5	0,71	Data C tidak dibuang
	5		0,137	5	0,71	Data B tidak dibuang

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari uji dixon dapat dilihat data hasil dari laboratorium jika digambarkan berupa histogram akan terlihat bahwa laboratorium B datanya sangat jauh berbeda dengan data laboratorium yang lain. Tetapi data tersebut tidak dibuang karena $D_n < D_{tabel}$ sehingga data dapat ikut terseleksi.



Gambar 5. Histogram uji banding antar Laboratorium.

Uji dixon yang dilakukan oleh Kusumaningtyas & Sumarno (2017) hasil seleksi data untuk parameter nitrit terdapat 2 laboratorium yang tidak terseleksi. Sedangkan untuk parameter fosfat, semua data laboratorium peserta dapat terseleksi.

5.4 Uji Banding dengan Z-Score

Uji banding dilakukan setelah tercapainya homogenitas dan stabilitas dari sampel yang akan diuji oleh laboratorium peserta. Terdapat 5 laboratorium yang

ikut berpartisipasi dalam uji profisiensi. Seluruh peserta uji banding menggunakan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) untuk menganalisis sampel uji banding yang diberikan oleh penyelenggara. Hasil uji banding dari 5 laboratorium terdapat pada Tabel 9. Hasil uji dari para peserta berbeda-beda, namun dapat diterima atau tidaknya hasil uji dari para peserta memerlukan perhitungan statistik seperti *z-score*.

Tabel 9 memperlihatkan nilai *z-score* yang mengindikasikan tingkat akurasi (Z_i) dan presisi (Z'_i). Z_i (*z-score between*) menunjukkan akurasi karena membandingkan nilai peserta dengan nilai rata-rata populasi, sedangkan Z'_i (*z-score within*) menunjukkan presisi karena membandingkan deviasi pengulangan yang dilakukan oleh peserta dengan rata-rata deviasi yang dilakukan oleh poluasi. Nilai *z-score* negatif menunjukkan bahwa hasil pengujian laboratorium berada dibawah rata-rata populasi, sedangkan nilai *z-score* positif menandakan bahwa hasil pengujian tersebut berada diatas rata-rata populasi laboratorium.

Tabel 9. Data uji banding pada analisis logam kromium (Cr) dalam sampel air mineral.

Iterasi	0	$ x_i - \bar{x} $	1	2	3	Nilai Zscore (Z_i)	Nilai Z'score (Z'_i)	Kesimpulan
$\delta = 1,5s^*$			0,533	0,432	0,432			
$x^* - \delta$			0,169	0,312	0,312			
$x^* + \delta$			1,235	1,175	1,175			
A1	0,697	0,005	0,697	0,697	0,697	-0,161	-0,150	Inlier
A2	0,707	0,005	0,707	0,707	0,707	-0,126	-0,118	Inlier
B1	1,055	0,353	1,055	1,055	1,055	1,082	1,007	Inlier
B2	1,055	0,353	1,055	1,055	1,055	1,082	1,007	Inlier
C1	0,535	0,167	0,535	0,535	0,535	-0,724	-0,673	Inlier
C2	0,455	0,247	0,455	0,455	0,455	-1,002	-0,932	Inlier
D1	0,990	0,288	0,990	0,990	0,990	0,857	0,797	Inlier
D2	0,980	0,278	0,980	0,980	0,980	0,822	0,764	Inlier
E1	0,470	0,232	0,470	0,470	0,470	-0,950	-0,883	Inlier
E2	0,490	0,212	0,490	0,490	0,490	-0,880	-0,819	Inlier
Rata-rata	0,743		0,743	0,743	0,743			
SD	0,254		0,254	0,254	0,254			
Median	0,702	0,240						
Median baru (x^*)	0,702		0,743	0,743	0,743			
SD baru (s^*)	0,355		0,288	0,288	0,288			
u (ketidakpastian)					0,114			

Berdasarkan hasil pengolahan data pada Tabel 9. menunjukkan hasil yang bervariasi. Untuk analisis logam Cr dalam air mineral terlihat bahwa nilai z -score between (Z_i) menunjukkan hasil *inler* pada kelima laboratorium tersebut. Nilai Z_i tertinggi terdapat pada kode sampel B1 dan B2 sebesar 1,082 dan terendah terdapat pada kode sampel C2 sebesar -1,002. Berdasarkan nilai z -score within (Z'_i) menunjukkan hasil *inlier* pada kelima laboratorium tersebut. Nilai Z'_i tertinggi terdapat pada kode sampel B1 dan B2 sebesar 1,007 dan terendah terdapat pada kode sampel C2 sebesar -0,932. Hasil data menunjukkan bahwa lima laboratorium peserta yang mengikuti uji profisiensi seluruhnya memuaskan atau *inlier*.

Penelitian yang dilakukan oleh Harjito (2019) tentang uji banding yang telah dilakukan oleh beberapa laboratorium menunjukkan hasil yang bervariasi. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh 14 laboratorium diperoleh nilai z -score tertinggi sebesar 4,16 dan terendah 0,08. Hasil menunjukkan bahwa terdapat 2 laboratorium yang berada dalam kategori kurang memuaskan yaitu laboratorium dengan nilai z -score 4,14 dan -3,32. Selanjutnya terdapat 2 laboratorium diragukan dengan nilai z -score -2,80 dan 2,17 sedangkan 10 (sepuluh) laboratorium lainnya masuk dalam kategori kompeten atau hasil z -score ≤ 2 .

Berdasarkan uji banding yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa hasil dari 5 laboratorium yang telah berpartisipasi menunjukkan hasil yang memuaskan atau hasil z -score ≤ 2 .

BAB VI

KESIMPULAN

6.1 Kesimpulan

1. Hasil yang diperoleh dari analisis logam Cr dalam sampel air mineral memiliki rata-rata kadar sebesar 0,7314 mg/L. Hasil ini menunjukkan bahwa kadar dari logam Cr melebihi batas aman untuk dikonsumsi yaitu sebesar 0,05 mg/L dan kurang layak untuk dikonsumsi dalam jangka waktu yang panjang.
2. Uji homogenitas yang dilakukan pada 10 sampel acak menunjukkan hasil yang homogen karena nilai $S_s < 0,3$ SDPT dan $S_s < 0,3$ SDPA yaitu $0,02683 < 0,0329$ dan $0,02683 < 0,03679$. Serta pada uji stabilitas sampel acak diperoleh hasil yang stabil karena nilai $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0288 < 0,0329$. Uji stabilitas yang dilakukan pada sampel faktor transportasi selama 3 jam dan 5 jam menunjukkan hasil yang stabil karena nilai $|y_1 - y_2| < 0,3 \sigma_{pt}$ yaitu $0,0277 < 0,0329$, dan 5 jam yaitu $0,0163 < 0,0329$.
3. Berdasarkan hasil yang diperoleh pada uji dixon menunjukkan hasil data tidak dibuang karena $D_n < D_{tabel}$. Sedangkan pada uji banding dengan metode *z-score* menunjukkan hasil yang memuaskan. Laboratorium peserta yang mengikuti uji profisiensi semua hasilnya dapat diterima atau *inlier*.

6.2 Saran

1. Pengujian yang dilakukan dalam penelitian ini diperlukan ketelitian yang sangat tinggi agar sampel yang dianalisis nantinya homogen dan memiliki keseragaman yang sama. Sehingga hasil yang diterima dari laboratorium peserta akan homogen dan stabil.
2. Pemeliharaan dan perawatan alat laboratorium harus dilakukan agar hasil penelitian yang diperoleh semakin akurat. Pemeliharaan dan perawatan dilakukan secara berkala terhadap seluruh peralatan yang ada di laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

- Amelia, F., (2017), Analisa Logam Berat Pada Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) yang Diproduksi Di Kota Batam, *DIMENSI*, 6(3), 434–441.
- Amelia, F., (2021), Analisa Logam Berat Dalam Air Minum Isi Ulang (AMIU) yang Beredar Di Kota Batam, *EduMatSains Jurnal Pendidikan, Matematika dan Sains*, (Vol. 6, Issue 1), 187-196.
- Angeliya, L., Agus Srihanto, E., & Tina Sari, Y., (2020), Uji Homogenitas dan Stabilitas Untuk Persiapan Sampel Uji Profisiensi *Newcastle Disease* (RT-PCR Real Time) Di Balai Veteriner Lampung Sebagai Laboratorium Rujukan, *RATEKPIL*, 453-467.
- Aryani, T. (2017), Analisis Kualitas Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) Di Yogyakarta Ditinjau dari Parameter Fisika dan Kimia Air, *Media Ilmu Kesehatan* (Vol. 6, Issue 1), 46-56.
- Asiah, (2017), Pemetaan Kompetensi Laboratorium Lingkungan Melalui Program Uji Profisiensi Logam Berat dalam Air Bersih, *Ecolab*, 11(2), 82-91.
- Budiantari, F., Arkeman, Y., & Kantasubrata, J., (2012). Analisis Andal Hasil Uji Profisiensi untuk Produk Agroindustri, *Jurnal Standardisasi*, 14(3), 237-246.
- Chaidir, Z., Hasanah, Q., & Zein, R., (2015)., Penyerapan Ion Logam Cr (III) dan Cr (IV) dalam Larutan Menggunakan Kulit Buah Jengkol, *Jurnal Ris. Kim.*, 8(2), 189—199.
- Ehsanpour, S., Riahi Samani, M., & Toghraie, D. (2022). Removal of chromium (VI) from aqueous solution using Eggshell/ poly pyrole composite, *Alexandria Engineering Journal*, 1-9.
- Farkhatus, D., (2019), Penentuan Kadar Tembaga (II) Pada Sampel Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Perkin Erlmer Analyst 100 Metode Kurva Kalibrasi, *Jurnal Ilmiah Indonesia*, 4(2), 1-11.

- Hadi, A., (2016), Uji Profisiensi Emisi Gas Menggunakan Gas *Analyzer* Sesuai Prinsip-prinsip ISO/IEC 17043 dan ISO 13528, *Ecolab*, 10(2), 89-101.
- Harjito, (2019), Evaluasi Uji Banding Antar Laboratorium untuk Mengukur Kompetensi Personil, *Indonesian Journal of Chemistry*, 2(1), 29-33.
- Harjito, (2022), Partisipasi Uji Profisiensi Untuk Peningkatan Kepercayaan Terhadap Laboratorium, *Integrated Lab Journal*, 10(1), 1-9.
- Krismastuti, H., (2016), Proficiency Testing Scheme Based on ISO/IEC 17043 in Indonesia: Strategy in Complying The Technical Requirements for The Proficiency Testing Providers, *Jurnal Kimia Terapan Indonesia*, 23(1), 17-23.
- Krisno, W., Nursahidin, R., Sitorus, R. Y., Ananda, F. R., & Guskarnali, (2021), Penentuan Kualitas Air Minum Dalam Kemasan Ditinjau dari Parameter Nilai pH dan TDS, *SNPPM*, 188-190.
- Kristianto, S., Wilujeng, S., & Wahyudiarto, D., (2017), Analisis Logam Berat Kromium (Cr) pada Kali Pelayaran Sebagai Bentuk Upaya Penanggulangan Pencemaran Lingkungan, *Jurnal Biota*, 3(2) 66-70.
- Kusumaningtyas, D., I., & Sumarno, D., (2017), Analisa Statistik Data Uji Banding Nitrit (N-NO₂) dan Fosfat (P-PO₄) pada Air Permukaan di Laboratorium BRPSDI, *Buletin Teknik Litkayasa*, 15(2) 85-92.
- Mairizki, F., (2017), Analisis Kualitas Air Minum Isi Ulang di Sekitar Kampus Universitas Islam Riau, *Jurnal Katalisator*, 2(1) 9-19.
- Mejia, R., Cuellar, M., & Salyards, J. (2020), Implementing blind proficiency testing in forensic laboratories: Motivation, obstacles, and recommendations. *Forensic Science International: Synergy*, Vol. 2, 293–298.
- Niken, W., (2018), Evaluasi Uji Profisiensi Wepal 2015.1 Pada Cuplikan Tanah, *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*, 19(2) 61-70.

- Nurohmi, S., Anwar, F., & Teruna Efendi, A., (2016), Penilaian Kromium Serum Darah Pada penyandang Diabetes Melitus Tipe 2 dan Non Diabetes, *Jurnal MKMI*, (Vol. 12, Issue 4), 269-277.
- Oktarina, E., (2021), Uji Profisiensi Agregat dari Beton Untuk Penerapan SNI 17025, *Jurnnal REKAYASA*, 11(2), 168-183.
- Pelealu, B. N. E., Moningka, M. E. W., & Rumampuk, J. F., (2015), Pengaruh Air Mineral dan Air Minum Beroksigen Terhadap Saturasi Oksigen Darah Pesenam Zumba, *Jurnal e-Biomedik*, 3(1), 390-393.
- Pratiwi, D. Y., (2020), Dampak Pencemaran Logam Berat (Timbal, Tembaga, Merkuri, Kadium, Krom) Terhadap Organisme Perairan dan Kesehatan Manusia, *Jurnal Akuatek*, (Vol. 1, ISsue 1), 59-65.
- Pulungan, A. F., & Wahyuni, S., (2021), Analisis Kandungan Logam Kadmium (Cd) dalam Air Minum Isi Ulang (AMIU) di Kota Lhokseumawe, Aceh, *Jurnal Kedokteran dan Kesehatan Malikussaleh*, 7(1), 75-83.
- Putra, A. Y., & Mairizki, F. (2020). Penentuan Kandungan Logam Berat pada Air Tanah di Kecamatan Kubu Babussalam, Rokan Hilir, Riau, *Jurnal Katalisator*, 5(1), 47-53.
- Ratnawati, Sofianti, E., & Frista, R., (2011), Penerapan Sistem Uji Profisiensi Untuk Produk Semen, *Jurnal Teknologi Bahan dan Barang Teknik*, 1(1), 26-30.
- Ridwan, Y. S., & Nugraha, W. C., (2018) Evaluasi Penggunaan Nilai Formulasi pada Uji Profisiensi Air Permukaan, *Jurnal Standardisasi*, 22(1), 61-72.
- Robi, Artitonang, A., & Sari, M., (2021) Kandungan Logam Berat Pb, Cd, dan Hg, pada Air dan Sedimen di Perairan Samudera Indah Kabupaten Bengkayang Kalimantan Barat, *Jurnal Laut Khatulistiwa*, 4(1), 20-28.

- Salim, R., & Taslim, T., (2021), Edukasi Manfaat Air Mineral pada Tubuh Bagi Anak Sekolah Dasar Secara Online, *Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat*, 27(2), 126-135.
- Sanistia, R., Yani, D. F., & Hakim, M., (2022), Uji Homogenitas Terhadap Bahan Uji Profisiensi Urea Prill dengan Parameter Biuret, *Prosding Seminar Nasional Sains dan Teknologi*, Vol. 5, 423-428
- Sari, I., (2014). Tingkat Pengetahuan Tentang Pentingnya Mengkonsumsi Air Mineral pada Siswa Kelas IV di SD Negri Keputran Yogyakarta, *Jurnal Pendidikan Jasmani Indonesia* (Vol. 10, Issue 2), 55-61.
- Simanjuntak, J. G., Handoko, L. S., & Panjaitan, (2020), Uji Banding Komoditi Baja Tulangan Beton Dalam Rangka Penerapan SNI, *Jurnal Teknik dan Teknologi*, 15(30), 44-50.
- Sofianti, E., & Frista R., (2011), Penerapan Sistem Uji Profisiensi Untuk Produk Semen, (Vol. 1, Issue 1), 26-30.
- Sugito, & Kuncoro, (2022), Uji Performa SSA Thermo Ice 3000 Terhadap Logam Cu Menggunakan CRM 500 dan CRM 697, *Jurnal Pengelolaan Laboratorium Pendidikan* (Vol. 4, Issue 1).
- Supriatno, & Lelifajri. (2009), Analisis Logam Berat Pb dan Cd dalam Sampel Ikan dan Kerang secara Spektrofotometri Serapan Atom, *Jurnal Rekayasa Kimia Dan Lingkungan*, 7(1), 5-8.
- Susanto, Y., & Cahya Nugraha, W., (2020), Evaluasi Penggunaan Nilai Formulasi Pada Uji Profisiensi Air Permukaan, *Jurnal Standardisasi*, 22(1), 61-72.
- Syahfitri, W. Y. N., Kurniawati, S., Adventini, N., Damastuti, E., Lestiani, D. D., & Santoso, M., (2018), Evaluasi Uji Profisiensi WEPAL 2015.1 Pada Cuplikan Tanah, *Jurnal Sains Dan Teknologi Nuklir Indonesia*, 19(2), 61-70.

- Wardhani, D. S. & Nurbayanti, I., 2016, Analisis Statistik Hasil Uji Banding Nitrit (NO₂-N) dan Amonia ((NH₃-N) dengan Menggunakan Uji Dixon dan Z-Score, *Buletin Teknik Litkayasa Akuakultur*, 14(1), 55-59.
- Wulaningtyas, F. A., (2018), Karakteristik Pekerja Kaitannya dengan Kandungan Kromium dalam Urine Pekerja di Industri Kerupuk Rambak X Magetan. *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, 10(1), 127-137.
- Wijaya, G. F., Rizky Oktadini, N., Sevtiyuni, P. E., & Buchari, M. A., (2022), Adoption of SNI ISO/IEC 17025:2017 Principles for Laboratory Management Information System Development, *Ultima Infosys: Jurnal Ilmu Sistem Informasi*, 13(1), 37-45.

LAMPIRAN

1. Tabel data dan perhitungan uji homogenitas pada analisis logam Cr dalam sampel air mineral.

Kode sampel	Hasil Uji Cr (mg/L)		xt	wt	wt^2	$(xt-\bar{X})^2$
	Pengulangan 1	Pengulangan 2				
XY1	0,738	0,715	0,727	0,023	0,001	0,000
XY2	0,763	0,749	0,756	0,014	0,000	0,001
XY3	0,764	0,764	0,764	0,000	0,000	0,001
XY4	0,778	0,751	0,765	0,027	0,001	0,001
XY5	0,807	0,728	0,768	0,079	0,006	0,001
XY6	0,695	0,670	0,683	0,025	0,001	0,002
XY7	0,717	0,693	0,705	0,024	0,001	0,001
XY8	0,712	0,688	0,700	0,024	0,001	0,001
XY9	0,720	0,772	0,746	0,052	0,003	0,000
XY10	0,697	0,707	0,702	0,010	0,000	0,001
g	10					
\bar{X}	0,7314					
S_x	0,0321					
S_x^2	0,0010					
S_w	0,0248					
S_w^2	0,0006					
S_s	0,0268					

$$\begin{aligned} \text{SDPT} &= \frac{15}{100} \times X \text{ (Rata - rata sampel)} \\ &= \frac{15}{100} \times 0,7314 = 0,1097 \end{aligned}$$

$$0,3 \text{ SDPT} = 0,3 \times 0,1097 = 0,0329$$

Kesimpulan : Karena S_s kurang dari 0,3 SDPT, maka bahan uji **homogen**.

$$0,0268 < 0,0329$$

$$\begin{aligned} \text{SDPA} &= 2^{1-0,5 \log C} \\ &= 0,1227 \end{aligned}$$

$$0,3 \text{ SDPA} = 0,3 \times 0,1227 = 0,0368$$

Kesimpulan : Karena S_s kurang dari 0,3 SDPA, maka bahan uji **homogen**.

$$0,0268 < 0,0368$$

2. Tabel data dan perhitungan uji stabilitas pada analisis logam Cr dalam sampel air mineral dengan sampel acak.

Sampel stabilitas	Pengulangan 1	Pengulangan 2	y'
XY2	0,763	0,749	0,7560
XY4	0,778	0,751	0,7645
		y2 (y dari rata-rata stabilitas)	0,7603
		yI (y dari rata-rata homogenitas)	0,7314
		$ y\bar{1}-y\bar{2} $	0,0288

Konsentrasi = 0,7314 (dari rata-rata uji homogenitas)

$$\sigma_{pt} = \frac{15}{100} \times 0,7314 = 0,1097$$

$$0,3 \sigma_{pt} = 0,3 \times 0,1097 = 0,0329$$

Kesimpulan : Karena $|y\bar{1}-y\bar{2}|$ kurang dari $0,3 \sigma_{pt}$, maka bahan uji **stabil**.

$$0,0288 < 0,0329 \text{ Stabil}$$

3. Tabel data dan perhitungan uji stabilitas pada analisis logam Cr dalam sampel air mineral faktor transportasi selama 3 jam.

Sampel stabilitas	Pengulangan 1	Pengulangan 2	y'
XYI1.1	0,680	0,658	0,6690
XYI1.2	0,742	0,735	0,7385
		y2 (y dari rata-rata stabilitas)	0,7038
		yI (y dari rata-rata homogenitas)	0,7314
		$ y\bar{1}-y\bar{2} $	0,0277

Konsentrasi = 0,7314 (dari rata-rata uji homogenitas)

$$\sigma_{pt} = \frac{15}{100} \times 0,7314 = 0,1097$$

$$0,3 \sigma_{pt} = 0,3 \times 0,1097 = 0,0329$$

Kesimpulan : Karena $|y\bar{1}-y\bar{2}|$ kurang dari $0,3 \sigma_{pt}$, maka bahan uji **stabil**.

$$0,0277 < 0,0329 \text{ Stabil}$$

4. Tabel data dan perhitungan uji stabilitas pada analisis logam Cr dalam sampel air mineral faktor transportasi selama 5 jam.

Sampel stabilitas	Pengulangan 1	Pengulangan 2	y'
XYI2.1	0,777	0,768	0,7725
XYI2.2	0,718	0,728	0,7230
		y ₂ (y dari rata-rata stabilitas)	0,7478
		y ₁ (y dari rata-rata homogenitas)	0,7314
		y ₁ - y ₂	0,0163

Konsentrasi = 0,7314 (dari rata-rata uji homogenitas)

$$\sigma_{pt} = \frac{15}{100} \times 0,7314 = 0,1097$$

$$0,3 \sigma_{pt} = 0,3 \times 0,1097 = 0,0329$$

Kesimpulan : Karena $|y_1 - y_2|$ kurang dari $0,3 \sigma_{pt}$, maka bahan uji **stabil**.

$$0,0163 < 0,0329 \text{ Stabil}$$

5. Data uji dixon pada analisis logam Cr dalam sampel air mineral.

Urutan hasil data antar laboratorium pada analisis logam kromium (Cr) dalam air mineral.

No	Kode Lab	Simplo	Duplo
1	E	0,470	0,490
2	C	0,535	0,455
3	A	0,697	0,707
4	D	0,990	0,980
5	B	1,055	1,055

Hasil Uji Dixon pada analisis logam kromium (Cr) dalam air mineral

Hasil	Jumlah	Data terendah	Data tertinggi	D tabel		Kesimpulan
				D _n	95%	
Simplo	5	0,111		5	0,710	Data C tidak dibuang
	5		0,125	5	0,710	Data B tidak dibuang
Duplo	5	0,061		5	0,710	Data C tidak dibuang
	5		0,137	5	0,710	Data B tidak dibuang

Perhitungan uji dixon data terendah simplo

$$D_{3-5} = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1} > D_n$$

$$D_{3-5} = \frac{0,535 - 0,470}{1,055 - 0,470} = 0,111 < 0,710 \text{ (data tidak dibuang)}$$

Perhitungan uji dixon data tertinggi simplo

$$D_{3-5} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1} > D_n$$

$$D_{3-5} = \frac{1,055-0,990}{1,055-0,470} = 0,125 < 0,710 \text{ (data tidak dibuang)}$$

Perhitungan uji dixon data terendah duplo

$$D_{3-5} = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1} > D_n$$

$$D_{3-5} = \frac{0,455-0,490}{1,055-0,490} = 0,061 < 0,710 \text{ (data tidak dibuang)}$$

Perhitungan uji dixon data tertinggi duplo

$$D_{3-5} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1} > D_n$$

$$D_{3-5} = \frac{1,055-0,980}{1,055-0,490} = 0,137 < 0,710 \text{ (data tidak dibuang)}$$

6. Data uji banding pada analisis logam Cr dalam sampel air mineral.

Iterasi	0	I xi -x* I	1	2	3	Nilai Zscore (Z _i)	Nilai Z'score (Z' _i)	Kesimpulan
$\delta = 1,5s^*$			0,533	0,432	0,432			
$x^* - \delta$			0,169	0,312	0,312			
$x^* + \delta$			1,235	1,175	1,175			
A1	0,697	0,005	0,697	0,697	0,697	-0,161	-0,150	Inlier
A2	0,707	0,005	0,707	0,707	0,707	-0,126	-0,118	Inlier
B1	1,055	0,353	1,055	1,055	1,055	1,082	1,007	Inlier
B2	1,055	0,353	1,055	1,055	1,055	1,082	1,007	Inlier
C1	0,535	0,167	0,535	0,535	0,535	-0,724	-0,673	Inlier
C2	0,455	0,247	0,455	0,455	0,455	-1,002	-0,932	Inlier
D1	0,990	0,288	0,990	0,990	0,990	0,857	0,797	Inlier
D2	0,980	0,278	0,980	0,980	0,980	0,822	0,764	Inlier
E1	0,470	0,232	0,470	0,470	0,470	-0,950	-0,883	Inlier
E2	0,490	0,212	0,490	0,490	0,490	-0,880	-0,819	Inlier
Rata-rata	0,743		0,743	0,743	0,743			
SD	0,254		0,254	0,254	0,254			
Median	0,702	0,240						
Median baru (x*)	0,702		0,743	0,743	0,743			
SD baru (s*)	0,355		0,288	0,288	0,288			
u (ketidakpastian)					0,114			

7. Dokumentasi Kegiatan

